防衛庁規格

発射薬理化学試験方法

NDS
K 4816B
制定　昭和46．7．1
改正　平成18．4．7

目次

ページ

1.　まえがき…… 1
2.　規格の構成…… 1
3.　個別試験方法の表示…… 1

第１章　総則…… 2
1.　適用範囲…… 2
2.　引用規格…… 2
3.　用語の意味…… 2
4.　分析に関する共通事項…… 3
5.　試料の採取…… 3
5.1　採取方法…… 3
5.2　包装及び標示…… 3
5.2.1　包装…… 3
5.2.2　標示…… 3
5.3　試料容器の検査…… 3
6.　試料の調製…… 3
6.1　試料…… 4
6.2　装置・器具…… 4
6.3　調製方法…… 4
6.3.1　板状発射薬…… 4
6.3.2　微粒発射薬…… 4
6.3.3　小粒発射薬…… 4
6.3.4　大粒発射薬…… 4
6.3.5　推進薬…… 4
6.4　調製試料の標示…… 4
7.　試薬…… 4
8.　標準溶液…… 5

ページ

8.1 0.2mol/l三塩化チタン溶液 5
8.1.1 調製 5
8.1.2 標定 5
8.1.3 保存 5
8.2 0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液 5
8.2.1 調製 5
8.2.2 標定 6
8.3 0.6mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液 6
8.3.1 調製 6
8.3.2 標定 6
8.4 0.6mol/l硫酸第一鉄溶液 6
8.4.1 調製 6
8.4.2 標定 6
8.5 0.7mol/l硫酸第一鉄アンモニウム溶液 7
8.5.1 調製 7
8.5.2 保存 7
8.5.3 ブランク滴定 7
8.6 0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液 7
8.6.1 調製 7
8.6.2 標定 7
8.7 0.2mol/l臭素酸－臭化カリウム溶液 8
8.7.1 調製 8
8.7.2 標定 8
8.8 0.05mol/l硝酸銀溶液 8
8.8.1 調製 8
8.8.2 標定 8
8.8.3 保存 8
8.9 0.05mol/lチオシアン酸カリウム溶液 8
8.9.1 調製 8
8.9.2 標定 8
8.10 0.02mol/lよう素溶液 8
8.10.1 調製 8
8.10.2 標定 8
8.10.3 保存 8
8.11 0.1mol/l塩酸溶液 8

ページ

8.11.1　調製 8
8.11.2　標定 8
8.12　1mol/l水酸化ナトリウム溶液 8
8.12.1　調製 8
8.12.2　標定 8
8.12.3　保存 8
9.　滴定用指示薬溶液 8
9.1　でんぷん溶液 8
9.2　メチルオレンジ 9
9.3　メチルレッド 9
9.4　フェノールフタレイン 9
9.5　硫酸第二鉄アンモニウム溶液 9
9.6　チオシアン酸アンモニウム溶液（20%） 9
9.7　ジフェニルベンジンスルホン酸ナトリウム溶液 9
9.8　ジフェニルアミンスルホン酸バリウム溶液 9
10.　計算・報告 9

第２章　個別試験方法 12
試験方法101.1　溶剤抽出物試験方法 12
試験方法102.2　ニトロセルロース試験方法（差引法） 14
試験方法103.5　ニトロセルロースの窒素量試験方法（元素分析法） 15
試験方法103.6　ニトロセルロースの窒素量試験方法（電位差滴定法） 17
試験方法104.2　ニトログリセリン試験方法（酢酸抽出法） 23
試験方法105.1　ニトログアニジン試験方法（水抽出法） 26
試験方法106.1　ジニトロトルエン試験方法 28
試験方法109.1　フタル酸エステル試験方法（吸光光度法） 30
試験方法110.4　ジフェニルアミン及びエチルセントラリット試験方法（吸光光度法） 33
試験方法111.1　でんぷん試験方法 38
試験方法201.1　バリウム塩試験方法 40
試験方法202.3　カリウム塩試験方法（テトラフェニルボロン法） 42
試験方法202.4　カリウム塩試験方法（炎光分光光度法） 45
試験方法203.1　すず又は二酸化すず及び黒鉛試験方法（質量法） 48
試験方法203.2　すず又は二酸化すず試験方法（よう素滴定法） 50
試験方法204.1　鉛試験方法（硫酸鉛法） 52
試験方法205.1　無機硝酸塩試験方法 54

ページ

試験方法206.1　硫酸塩試験方法（水抽出－質量法）…… 58
試験方法206.2　硫酸塩試験方法（硝酸分解－質量法）…… 60
試験方法207.1　水溶性無機成分，炭素塩及び黒鉛試験方法…… 62
試験方法208.1　過塩素酸塩試験方法…… 64
試験方法210.1　カーボンブラック又は黒鉛試験方法（質量法）…… 67
試験方法211.2　氷晶石，硫酸カリウム及び黒鉛試験方法（モルホリン法）…… 69
試験方法301.1　水分試験方法…… 72
試験方法301.2　水分試験方法（カールフィッシャー法）…… 75
試験方法301.3　水分試験方法（ガスクロマトグラフ法）…… 77
試験方法302.2　水分及び揮発分試験方法（乾燥器法）…… 80
試験方法303.1　全揮発分試験方法（ディシューコーン法）…… 81
試験方法303.2　全揮発分試験方法（溶解－吸引法）…… 83
試験方法304.1　残留溶剤試験方法…… 88
試験方法305.1　灰分試験方法（不燃性無機添加物を含まない場合）…… 89
試験方法305.2　灰分試験方法（不燃性無機添加物を含む場合）…… 91
試験方法306.1　薬粉及び異物試験方法…… 93
試験方法307.1　仮比重試験方法…… 96
試験方法308.1　吸湿度試験方法（小火器弾薬用発射薬）…… 98
試験方法308.2　吸湿度試験方法（火砲弾薬用発射薬）…… 100
試験方法310.1　圧縮率試験方法…… 102
試験方法311.1　粒度試験方法…… 105
試験方法312.1　装てん比重試験方法…… 106
試験方法313.1　薬きょう余高試験方法…… 107
試験方法314.1　100g当たり薬粒数試験方法…… 109

解説…… 111

防衛庁規格

NDS
K 4816B

発射薬理化学試験方法

制定　昭和46．7．1
改正　平成18．4．7

1．　まえがき　この規格は，防衛庁において使用する発射薬（固体推進薬を含む）の理化学試験の一般的事項及び各試験方法について規定する。

2．　規格の構成　この規格の構成は，以下のとおりに分類され，発射薬の理化学試験方法について，用語の意味，試料の調製，装置及び器具，試薬などの共通事項及び個別試験項目ごとの試験方法からなる。

第１章　総則

第２章　個別試験方法

3．　個別試験方法の表示　個別の試験方法は，試験方法を３けたの数字で表す。このうち有機成分の定量方法は100番台，無機成分の定量方法は200番台，その他の理化学試験方法は300番台とする。

なお，同一試験項目について試験方法を区別するために個別試験方法の３けたの数字に更にポイントによる小番号を付けて表示する。

例　試験方法101.1　溶剤抽出物試験方法

試験方法203.1　すず又は二酸化すず及び黒鉛試験方法（質量法）

試験方法203.2　すず又は二酸化すず試験方法（よう素滴定法）

試験方法301.1　水分試験方法

第１章　総則

1.　適用範囲　この総則は，防衛庁において使用する発射薬（固体推進薬を含む）の理化学試験の一般的事項について規定する。

2.　引用規格　次に掲げる規格は，この規格に引用されることによって，この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は，その最新版を適用する。

JIS K 0050　化学分析方法通則
JIS K 0068　化学製品の水分測定方法
JIS K 0113　電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
JIS K 0114　ガスクロマトグラフ分析通則
JIS K 0211　化学分析用語（基礎部門）
JIS K 8001　試薬試験方法通則
JIS K 8330　けい藻土（試薬）
JIS P 3801　ろ紙（化学分析用）
JIS R 3503　化学分析用ガラス器具
JIS Z 8401　数値の丸め方
JIS Z 8801-1　試験用ふるい－第１部：金属製網ふるい
NDS K 4101　弾薬用高速液体クロマトグラフ分析方法
NDS K 4102　弾薬用ガスクトマトグラフ分析方法
NDS K 4103　弾薬用原子吸光分析方法
NDS K 4104　弾薬用発光分光分析方法
NDS K 4105　発射薬の寸度・形状試験方法
NDS K 4105　トリニトロトルエン（弾薬用）
NDS K 4813　火薬安定度試験方法（銀びん試験）
NDS K 4814　火薬類安定度試験方法（120℃，134.5℃耐熱試験）
NDS K 4825　発射薬耐用命数推定試験方法
NDS Y 0001　弾薬用語

3.　用語の意味　この規格に用いる主な用語の意味は，次による。

a)　粉砕試料　粉砕試料とは，**6.**の規定に従って調製された試料をいう。

b)　公称含量　公称含量とは，発射薬規格又は仕様書に規定されている発射薬の各成分の質量

百分率（%）をいう。

c) 乾燥抽出物 乾燥抽出物とは，抽出液から抽出溶剤を蒸発させて乾燥した抽出物をいう。

4. 分析に関する共通事項

a) 発射薬，試薬などの取扱いについては法令に準拠し，また，安全に考慮すること。

b) 分析に関する共通的な事項は，**JIS K 0050**による。

c) 発射薬に共通する分析方法に関しては以下による。

1) NDS K 4101

2) NDS K 4102

3) NDS K 4103

4) NDS K 4104

d) 発射薬の寸度に共通する試験方法に関しては**NDS K 4105**による。

e) 安定度に共通する試験方法に関しては以下による。

1) NDS K 4813

2) NDS K 4814

f) 耐用命数に共通する試験方法に関しては**NDS K 4825**による。

5. 試料の採取

5.1 採取方法 発射薬規格又は仕様書に規定されているようにして発射薬の各ロットから代表的試料を採取する。全試料は，同時に採取するものとし，取扱いは清潔に行なわなければならない。また，混合などで発射薬に水分を加えた場合には，収かん（函）後４８時間以上経過した後に採取する。

5.2 包装及び標示

5.2.1 包装 採取した試料は，気密容器に入れ，直ちに容器を密封する。

5.2.2 標示 試料を密封した容器には，次の事項を記入したラベルを付ける。

a) 発射薬の名称

b) ロット番号

c) ロットの大きさ

d) 製造者名及び工場名

e) 試料採取年月日

5.3 試料容器の検査 試験を行う前に，試料の入った容器について，気密が完全で，破損やほかの欠陥がなく，ラベルが正しいかどうかを検査する。

気密が不完全で，破損やほかの欠陥又はラベルの正しくない容器の試料は，試験に供してはならない。

6. 試料の調製 試験に用いる試料を粉砕するときは，次による。ただし，塩素酸塩又は過塩

素酸塩のような危険な酸化剤を含む発射薬には，原則として使用してはならない。

6.1　試料　試料は，**5.**によって採取したものを用いる。

6.2　装置・器具

a)　ウイリー粉砕機　水冷式，防護たて及び防爆モータ付が望ましい。

b)　はさみ　ベリリウム合金製のもの。

c)　火薬切断器　ベリリウム合金刃を持つものが望ましい。

d)　瓶　ガラス瓶（共栓付）又はひょう量瓶

e)　試験用ふるい　目開き850μm

6.3　調製方法

6.3.1　板状発射薬　板状発射薬は，はさみを用いて約3mm角の片に切る。切った発射薬は，直ちに瓶に入れて栓をする。

ニトログリセリンを含まない板状発射薬を細粉にする場合は，発射薬容器を氷浴につけて冷やし，砕けやすくして**6.3.3**に規定するようにしてウイリー粉砕機で粉砕する。ニトログリセリンを含有する発射薬は，ウイリー粉砕機で粉砕しない。

6.3.2　微粒発射薬　試験用ふるいをほとんど通過する微粒発射薬は，粉砕せずにそのまま用いる。

6.3.3　小粒発射薬　微粒発射薬よりも大きく１粒の重さが約0.2g以下の小粒発射薬は，次のようにして粉砕機で粉砕する。

a)　1mmスクリーンを粉砕室と受器の間に置き，ロータおおい板をその位置にしっかりしめつけてウイリー粉砕機を準備する。

b)　モータを動かし，粉砕の間ウイリー粉砕機の温度をチェックしながら一時に数粒ずつ粉砕する。この際，次の発射薬試料を粉砕する前にロータと刃を冷却するのに十分な時間を置くものとする。

c)　粉砕した試料は，直ちに瓶に入れて栓をする。

6.3.4　大粒発射薬　１粒の重さが約0.2gを越す大粒発射薬は，火薬切断器を用いて約0.2mmの厚さの薄片に切断する。次にこれらの薄片をはさみを用いて約3mm角の片に切り，粉砕する。切った発射薬は，直ちに瓶に入れて栓をする。特に規定する場合のほかは，大粒発射薬でも支障がない限り，薬粒そのままを**6.3.3**のようにして粉砕機で粉砕してもよい。

6.3.5　推進薬　火薬切断器そのほか適当な装置を用いて約0.2mmの厚さの薄片に切断し，これらの薄片をはさみを用いて適当な小片に切る。切った発射薬は，直ちに瓶に入れて栓をする。

6.4　調製試料の標示　粉砕試料を入れた瓶には，試料を正確に識別するために符号又は記号及び試料調製年月日を表示する。試料調製後３日以上を経過した粉砕試料は，試験に用いてはならない。

7.　試薬

7.1　試験に用いる試薬は，特に規定するもののほかはＪＩＳ試薬１級以上のものを用いる。Ｊ

ＩＳ試薬に規定のないものは，市販最上級品位のものを用いる。

7.2 試験に用いる標準溶液，指示薬溶液などは，特に規定するもののほかはこの総則に規定するものを用いる。

8. 標準溶液 標準溶液の調製，標定及び保存方法は，次のとおりとする。

8.1 0.2mol/l三塩化チタン溶液

8.1.1 調製 三塩化チタン溶液（20%）150gに塩酸100mlを加え，水で1Lに希釈する。必要ならばろ液が完全に透明になるまで５種Ｃろ紙でろ過した後，数分間不活性ガスを通して溶液をかくはんする。

8.1.2 標定 滴定フラスコ（**付図１**）に不活性ガスを流し，滴定フラスコ内の空気を置換する。100℃で２時間乾燥した重クロム酸カリウム0.3～0.4gを0.1mgのけたまでひょう量し，この滴定フラスコに取り，水100mlを加えて溶かす。

この溶液に硫酸（10%）50mlを加え，調製した三塩化チタン溶液で終点（溶液が緑色に変化）近くまで滴定する。次に，指示薬としてジフェニルアミンスルホン酸バリウム５滴を加え，明るい緑色（少なくとも３０秒間変化しない）が現れるまで滴定を続ける(1)。さらに，又鉄の存在に対して修正するため滴定を完了した溶液にチオシアン酸アンモニウム溶液5mlを加える。鉄が存在すればチオシアン酸第二鉄錯塩が生成し，溶液は明るい青色から濃赤色に変化するので再び三塩化チタン溶液で明るい青色が現れるまで滴定する。

全滴定を完了するのに要した三塩化チタン溶液量（ml）を読み，ビュレット及び温度補正を行い，次の式により三塩化チタン溶液のモル濃度 A（mol/l）を算出する。

$$A = \frac{B}{CD}$$

ここに，A：三塩化チタン溶液のモル濃度（mol/l）

B：重クロム酸カリウムの質量（g）

C：重クロム酸カリウムのmg当量（0.04904mg当量）

D：滴定に要した三塩化チタン溶液の量［ビュレット及び温度補正(2)を行ったもの。］（ml）

注(1) 明るい緑色は置いておくと明るい青色に変わる。

(2) **JIS K 0050**の**9.3.3**による。

8.1.3 保存 貯蔵装置（**付図２**）の褐色瓶に入れ，不活性ガス雰囲気下で保存する。

8.2 0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液

8.2.1 調製 チオ硫酸ナトリウム（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$）26gと炭酸ナトリウム0.1gを炭酸を含まない水（沸騰して冷却したもの）に溶かし，1Lに希釈する。この溶液は，標定及び使用前に少なくとも２４時間静置する。

8.2.2 標定 100℃で２時間乾燥した重クロム酸カリウム0.20～0.23gを0.1mgのけたまでひょう量し，よう素フラスコに取り，水60mlを加えて溶かす。次に，よう化カリウム溶液（10%）15mlと1mol/l塩酸20mlを加え，栓をして数秒間静かに振り，暗所に１０分間静置する。この溶液を，調製したチオ硫酸ナトリウム溶液で終点（溶液が明るい褐色に変化）近くまで滴定する。さらに，指示薬としてでんぷん溶液5mlを加え濃青色のでんぷんーよう素色が紫青緑色に変わるまで滴定を続ける。滴定に要したチオ硫酸ナトリウム溶液量（ml）を読み，ビュレット及び温度補正を行い，次の式によりチオ硫酸ナトリウム溶液のモル濃度 A（mol/l）を算出する。

$$A = \frac{B}{CD}$$

ここに，A：チオ硫酸ナトリウム溶液のモル濃度（mol/l）

B：重クロム酸カリウムの質量（g）

C：重クロム酸カリウムのmg当量（0.4904mg当量）

D：滴定に要したチオ硫酸ナトリウム溶液の量［ビュレット及び温度補正(2)を行ったもの。］（ml）

8.3 0.6mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液

8.3.1 調製 チオ硫酸ナトリウム（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$）155gと炭酸ナトリウム0.6gを炭酸を含まない水（沸騰して冷却したもの）に溶かし，1Lに希釈する。この溶液は，標定及び使用前に少なくとも２４時間静置する。

8.3.2 標定 100℃で２時間乾燥した重クロム酸カリウム1.20～1.30gを0.1mgのけたまでひょう量し，よう素滴定フラスコに取り，以下**8.2.2**の方法に従って標定する。

8.4 0.6mol/l硫酸第一鉄溶液

8.4.1 調製 硫酸第一鉄（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）176gを水400mlに溶かし，硫酸（60%）500mlを加える。これを更に水で1Lに希釈する。

8.4.2 標定 乳鉢で細粉し，105～110℃で４時間乾燥した硝酸カリウム約0.5gを0.1mgのけたまでひょう量し，コニカルビーカに取り，硫酸100mlを加えて溶解する。溶解後コニカルビーカに温度計を固定し，調製した硫酸第一鉄溶液で反応温度を10℃に保ちながら滴定する。滴定に要した硫酸第一鉄溶液量（ml）を読み，ビュレット及び温度補正を行い，次の式により硫酸第一鉄溶液のモル濃度 A（mol/l）を算出する。

$$A = \frac{B}{CD}$$

ここに，A：硫酸第一鉄溶液のモル濃度（mol/l）

B：硝酸カリウムの質量（g）

C：硝酸カリウムのmg当量（0.0505mg当量）

D：滴定に要した硫酸第一鉄溶液の量［ビュレット及び温度補正(2)を行ったもの。］（ml）

8.5 0.7mol/l硫酸第一鉄アンモニウム溶液

8.5.1 調製 硫酸第一鉄アンモニウム［$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$］275gを水約800mlに溶かし，更に硫酸70mlを加える。この溶液を水で1Lに希釈し，不活性ガスを通してよくかくはんする。

8.5.2 保存 貯蔵装置（**付図２**）の褐色瓶に入れ，不活性ガス雰囲気下で保存する。この溶液25mlを滴定するのに0.2mol/l三塩化チタン溶液0.5ml以上を要するようになった場合には，存在する第二鉄イオンを還元するため鉄粉を加えて加熱する。

8.5.3 ブランク滴定 この溶液は絶えず微量の第二鉄イオンを含むので，次のようにして時々ブランク滴定を行う。

a) 約５分間不活性ガスを送って空気を置換した滴定フラスコ（**付図１**）に0.7mol/l硫酸第一鉄アンモニウム溶液15mlと15%塩酸溶液2.5ml及び氷酢酸25mlを加える。

b) 滴定フラスコに還流冷却器を取り付け，加熱板上で５分間溶液を静かに沸騰する。

c) 次に不活性ガス流を増加しながら滴定フラスコを冷水中につけて溶液を室温まで冷却する。

d) 還流冷却器を外し，20%チオシアン酸アンモニウム溶液を加え，0.2mol/l三塩化チタン溶液で，チオシアン酸第二鉄錯塩の深赤色が消えるまで滴定する。この三塩化チタン溶液の量は，通常0.3～0.5mlであるが硝酸エステルの定量に当たって差し引かなければならない。

8.6 0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液

8.6.1 調製 硫酸第二鉄アンモニウム［$(NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$］72.5gを水400mlに溶かし，これに硫酸25mlを加える。この溶液を水で1Lに希釈し，空気流を通してよくかくはんした後，１種ろ紙でろ過する。

8.6.2 標定 滴定フラスコに不活性ガスを流し，滴定フラスコ内の空気を置換する。調製した硫酸第二鉄アンモニウム溶液40～45mlをひょう量してこの滴定フラスコに取り，塩酸溶液（6mol/l）15mlを加える。

この溶液を0.2mol/l三塩化チタン溶液で終点近くまで滴定し，チオシアン酸アンモニウム溶液（20%）5mlを加え，深赤色が消えるまで滴定を続ける。滴定に要した0.2mol/l三塩化チタン溶液量を読み，ビュレット及び温度補正を行い，次の式により硫酸第二鉄アンモニウム溶液のモル濃度 A（mol/l）を算出する。

$$A = \frac{BC}{D}$$

ここに，A：硫酸第二鉄アンモニウム溶液のモル濃度（mol/l）

B：滴定に要した0.2mol/l三塩化チタン溶液の量［ビュレット及び温度補正(2)を行ったもの。］（ml）

C：三塩化チタン溶液のモル濃度（mol/l）

D：硫酸第二鉄アンモニウム溶液の量（ml）

8.7　0.2mol/l臭素酸－臭化カリウム溶液

8.7.1　調製　100℃で２時間乾燥した臭素酸カリウム5.6gと臭化カリウム30gを水に溶かして1Lにする。

8.7.2　標定　調製した臭素酸－臭化カリウム溶液25mlを取り，でんぷん溶液を指示薬として0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。指示薬は，溶液が微黄色になってから加える。

8.8　0.05mol/l硝酸銀溶液

8.8.1　調製　120℃で２時間乾燥した硝酸銀16.989gを水に溶かして2Lにする。

8.8.2　標定　特に行う必要はないが，標定の必要な場合は500～600℃で乾燥した標準塩化ナトリウムを用いて標定する。

8.8.3　保存　褐色瓶に入れ，冷暗所に保存する。

8.9　0.05mol/lチオシアン酸カリウム溶液

8.9.1　調製　チオシアン酸カリウム4.860gを水に溶かして1Lにする。

8.9.2　標定　0.05mol/l硝酸銀溶液25mlを取り，硝酸第二鉄溶液を指示薬として調製したチオシアン酸カリウム溶液で滴定する。

8.10　0.02mol/lよう素溶液

8.10.1　調製　よう化カリウム15gを水25mlに溶かし，これによう素12.69gを加える。よう素を完全に溶かした後，水で5Lに希釈する。

8.10.2　標定　調製したよう素溶液50mlを取り，でんぷん溶液を指示薬として0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。指示薬は，溶液が微黄色になってから加える。

8.10.3　保存　褐色瓶に入れ，冷暗所に保存する。

8.11　0.1mol/l塩酸溶液

8.11.1　調製　塩酸10mlを水に溶かして1Lにする。

8.11.2　標定　白金るつぼ中で500～650℃に加熱し，乾燥した炭酸ナトリウム1～1.5gを0.1mgのけたまでひょう量し，水約250mlに溶かす。この溶液25mlをピペットでひょう量し，ブロムフェノールブルー溶液を指示薬として調製した塩酸溶液で滴定する。

8.12　1mol/l水酸化ナトリウム溶液

8.12.1　調製　水酸化ナトリウム約47gを水1Lに溶かし，新たに作った飽和水酸化バリウム溶液を沈殿が生じなくなるまで加え，強く振る。炭酸ガスを遮り２～３日間放置後上澄み液を取る。

8.12.2　標定　真空硫酸デシケータ中で，乾燥したスルファミン酸2～2.5gをひょう量し，水約25mlを加えてブロムチモールブルー溶液を指示薬として，調製した水酸化ナトリウム溶液で滴定する。

8.12.3　保存　ポリエチレン瓶にソーダ石灰管を付けて貯蔵する。

9.　滴定用指示薬溶液　滴定用指示薬溶液の調製方法は，次のとおりとする。

9.1　でんぷん溶液　でんぷん2gと防腐剤としてよう化第ニ水銀数mgを少量の水で混合し，これ

に沸騰水500mlを徐々に加える。この溶液を５分間沸騰し，室温まで冷却する。この溶液は，数週間安定である。

9.2　メチルオレンジ　メチルオレンジ0.10gを水100mlに溶かす。この溶液は，数箇月間安定である。

9.3　メチルレッド　メチルレッド0.10gをエチルアルコール100mlに溶かす。この溶液は，数箇月間安定である。

9.4　フェノールフタレイン　フェノールフタレイン0.1gをエチルアルコール100mlに溶かす。この溶液に0.5mol/l水酸化ナトリウム溶液を１滴ずつ淡いピンク色が現れるまで加え，次に0.5mol/l塩酸を１滴ずつピンク色が消えるまで加えてアルコールの酸度を中和する。

9.5　硫酸第二鉄アンモニウム溶液　硫酸第二鉄アンモニウム200gを水300mlに溶かし加熱する。溶液が沸騰し始めたら硝酸25mlを加え，放冷後ろ過する。

9.6　チオシアン酸アンモニウム溶液（20%）　チオシアン酸アンモニウム20gを水80mlに溶かす。

9.7　ジフェニルベンジンスルホン酸ナトリウム溶液　ジフェニルベンジンスルホン酸ナトリウム0.5gを水100mlに溶かす。

9.8　ジフェニルアミンスルホン酸バリウム溶液　ジフェニルアミンスルホン酸バリウム0.32gを水100mlに溶かす。

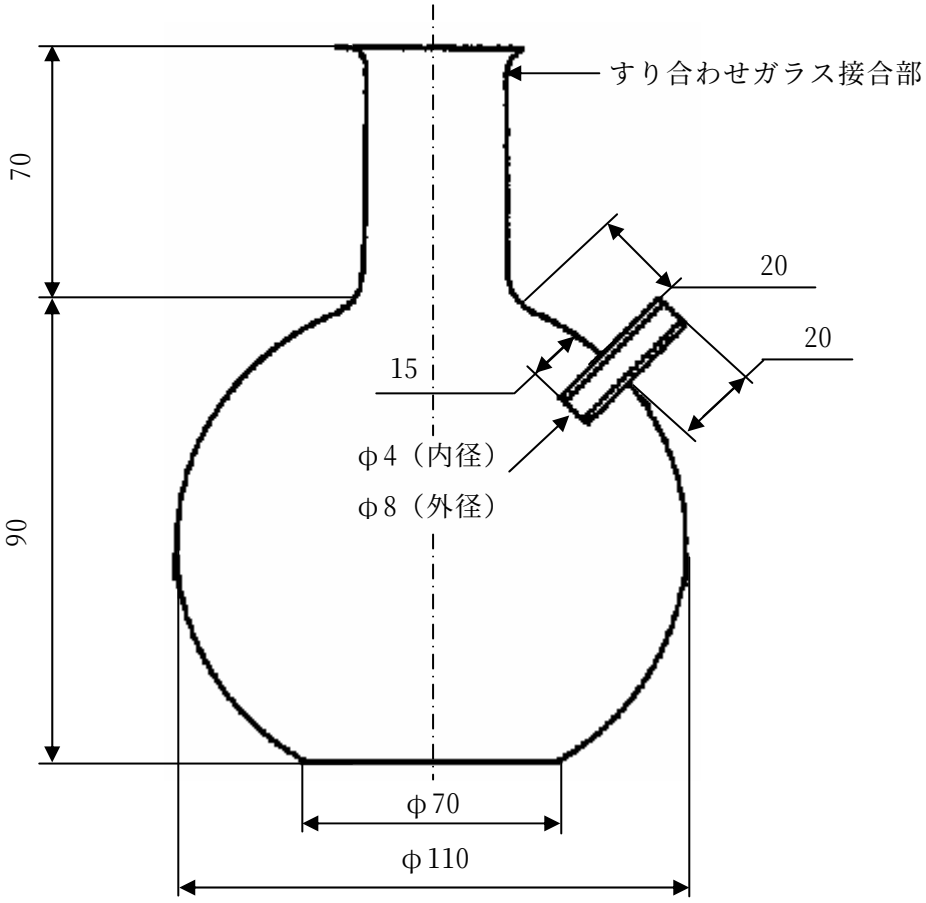
10.　計算・報告　計算及び報告は，特に規定のない限り，次による。

10.1　試験は，特に規定のない限り，２又は３個の試料について実施する。

10.2　試験値は，発射薬規格又は仕様書に記載されている有効数値の次のけたまで算出して**JIS Z 8401**によって丸める。

10.3　報告には，用いた試験方法の規格番号及び試験方法番号を試験値に併記する。

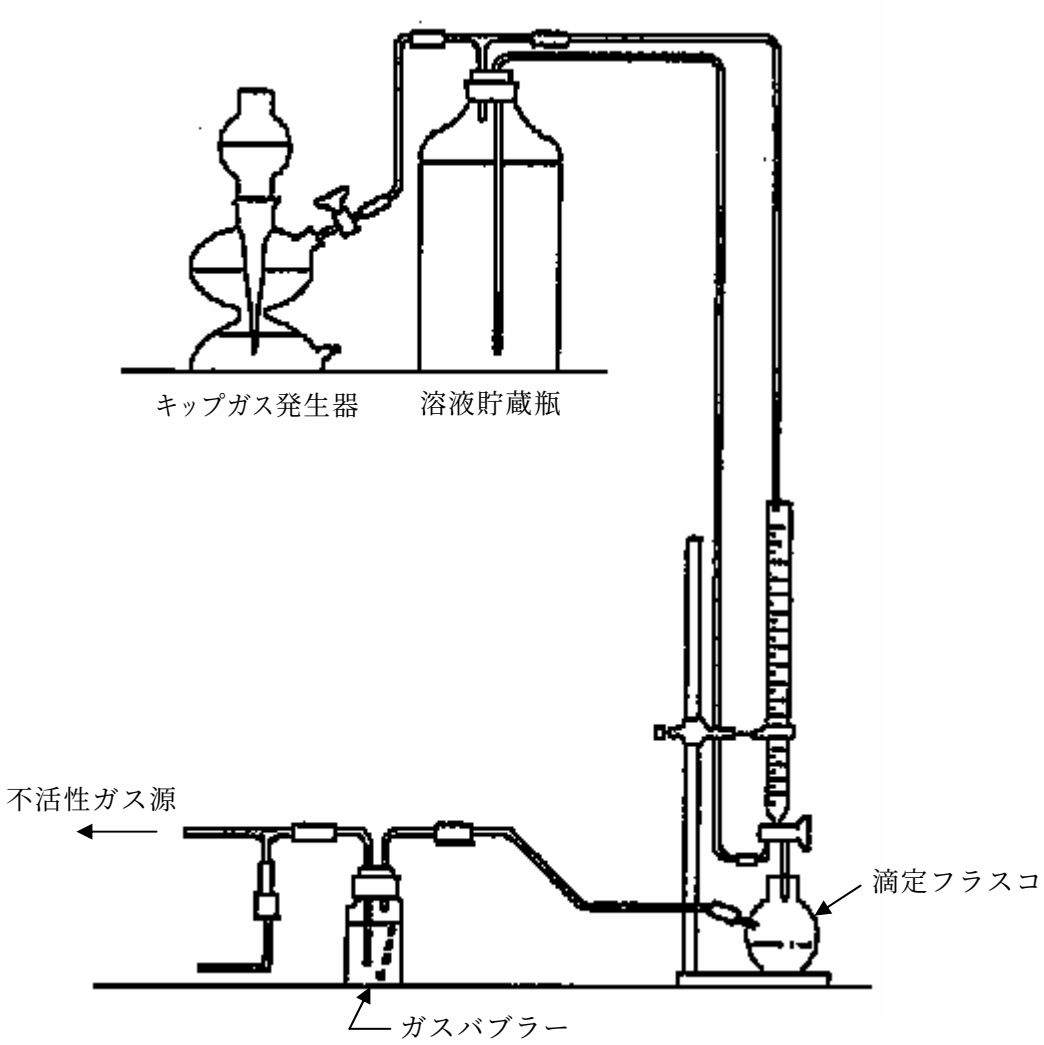
単位　mm



ガラスフラスコ

容量　500ml

付図１　滴定フラスコ（参考）



付図２　貯蔵装置（参考）

第２章　個別試験方法

試験方法１０１．１
溶剤抽出物試験方法

1.　適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の溶剤抽出物の定量試験方法について規定する。

この方法は，以後の各種定量の前処理として，発射薬中の可溶性成分の分離に適用する。また，各種の抽出に適用することができ，しかも溶剤，使用器材又は抽出時間のような要素を限定したり，制限したりしようとするものではない。

2.　試料　当該試験方法又は仕様書の規定によりひょう量した発射薬を試料とする。また，試料の調製は，**総則**の**6.**による。

3.　試薬

抽出溶剤　当該試験方法又は仕様書で特に規定するもののほかは，抽出溶剤として，塩化メチレン又はエチルエーテルを使用する。

注　アルミニウムを含む発射薬には，塩素化した溶剤を使用してはならない。

4.　装置・器具

a)　抽出装置　ソックスレー抽出器又は同等品

b)　抽出管

c)　加熱器

d)　真空デシケータ　溶剤抽出物の質量が要求されるときだけ使用

5.　操作

5.1　試料の抽出

a)　精ひょうした試料を抽出管に取り，指定の溶剤を抽出フラスコに入れ，抽出器を組み立てる。高度にこう（膠）化した発射薬では，抽出装置を組み立てた後，冷却器を通して溶剤を加えるのが望ましい。

b)　抽出溶剤が毎秒２～３滴の速さで冷却器から滴下するように，抽出フラスコを加熱器上で加熱する。

c)　抽出物又は抽出残留物について行われる定量の種類及び試料のタイプに対して，経験又は予備試験の結果，十分であると示された時間抽出する。

備考　予備試験では，抽出の完了を知るため適当な定性試験を行ない，所要最小時間を求

める。この最小時間に若干余分を加えて抽出時間とする。簡単な予備試験として，抽出物の一部を質量既知の容器内で蒸発させ，残留物の質量を量る方法やその他多くの比色法がある。

5.2 抽出物の乾燥 抽出が完了したならば，乾燥空気流下で抽出溶剤を蒸発させ，以後の各定量に使用するため乾燥抽出物を残す。

もし，抽出物の質量が必要な場合は，質量既知の抽出フラスコを用い，抽出フラスコ内の乾燥物を3.3kPaの真空デシケータ内で２時間乾燥しひょう量する。前後のひょう量間の質量変化が2mg以下になるまで乾燥ひょう量を繰り返す。

6. 計算 発射薬中の溶剤抽出物 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{B - C}{D(1 - E/100)}$$

ここに，A：発射薬中の溶剤抽出物（%）

B：フラスコと抽出物の質量（g）

C：フラスコの質量（g）

D：試料の質量（g）

E：全揮発分（%）

K 4816B

試験方法１０２．２
ニトロセルロース試験方法
（差引法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のニトロセルロースの定量試験方法について規定する。

2. 試料 適切な方法を用いて試料中のニトロセルロース以外の全成分（可塑剤，安定剤，消炎剤など）（%）を求める。

3. 計算 発射薬中のニトロセルロース A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = 100 - B$$

ここに，A：発射薬中のニトロセルロース（%）

B：ニトロセルロース以外の全成分の総和（%）

試験方法１０３．５
ニトロセルロースの窒素量試験方法
（元素分析法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のニトロセルロースの窒素量の定量試験方法について規定する。

2. 試料　ニトロセルロースをアルミニウム皿又は紙製皿に層の厚さ10㎜以下に広げ，二重乾燥器内で40～45℃で約４時間乾燥し，密閉容器内で放冷し保管する。

この乾燥試料0.4～0.6gをひょう量瓶に取り，更に100℃±2℃で１～1.5時間乾燥し，デシケータ内で３０分間放冷した後，質量を所定の容器でひょう量する。乾燥試料の吸湿は大きく，窒素量を大きく低下させるため，防湿に注意を払いながら迅速に操作する。

3. 試薬

a) 標準物質　ジニトロベンゼン（試薬特級）又はアセトアニリド（元素分析標準用）

b) 酸素　純度99.98%以上

c) ヘリウム　純度99.5%以上

4. 装置・器具

a) 窒素分析計又は元素分析装置

b) 二重乾燥器

5. 操作

5.1 機器の準備　機器の取扱説明書に従って電源の投入，キャリヤーガスの接続などを行う。機器の準備が完了したら分析条件の設定を行う。

分析条件の一例を次のとおり示す。

試料量　12.1～12.8㎎

試料容器　錫カプセル

標準試料　ジニトロベンゼン

燃焼管温度　980℃

還元管温度　640℃

検出器（熱伝導度検出器）温度　83℃

5.2 測定

a) 装置で推奨する試料量を２回装てんして燃焼させ，装置の調整をする。

b) 試料を除いて空測定を２回繰り返す。各測定のフェーズのタイミングをチェックし調節する。もし，必要ならブランク係数を算出する。

c) 標準物質を0.001mgまでひょう量し，測定器に装填し測定を行う。装置の取扱説明書に従って，ファクターを算出する。

d) 同様に試料を0.001mgまでひょう量し，測定器に装てんし測定する。試料の測定は５回繰り返す。

e) ファクターをチェックするため再度標準物質を測定する。

f) 標準物質より得られたファクターを使い窒素量（%）を算出する。

6. 計算　５回繰り返し行った測定値の平均を算出し結果として報告する。

試験方法１０３．６
ニトロセルロースの窒素量試験方法
（電位差滴定法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のニトロセルロースの窒素量の定量試験方法について規定する。

2. 試料　ニトロセルロースをアルミニウム皿又は紙製皿に層の厚さ10㎜以下に広げ，二重乾燥器内で40～45℃で約４時間乾燥し，密閉容器内で放冷し保管する。

この乾燥試料0.4～0.6gをひょう量瓶に取り，更に100℃±2℃で１～1.5時間乾燥し，デシケータ内で３０分間放冷した後，0.1mgのけたまでひょう量し，試料とする。

3. 試薬

a) 0.6mol/l硫酸第一鉄溶液　総則の**8.4**による。

b) 硫酸

4. 装置・器具

a) 電位差滴定装置（付図１）　JIS K 0113による。

b) 溶解用冷却容器（付図２）

c) 電極

d) 冷却容器又は循環式恒温水槽

e) アルミニウム皿又は紙製皿

f) 二重乾燥器

g) 密閉容器

h) ひょう量瓶

i) マグネチックスターラ

j) かくはん子

k) コニカルビーカ　500ml

l) メスシリンダ

m) 加熱器

n) 温度計

o) デシケータ

p) ビュレット

5. 操作

5.1 試料の溶解

a) 定量に必要な量の硫酸をコニカルビーカに入れ，氷水浴中で10℃以下（約5℃±1℃がよい。）に冷却する。

b) ひょう量した乾燥試料を別のコニカルビーカに取り，メスシリンダで10℃以下に冷却した硫酸100mlを，コニカルビーカの内壁に沿って付着した試料を洗い落としながら加える。

c) コニカルビーカを溶解用冷却容器にに入れ，マグネチックスターラでかくはんしながら試料を完全に溶解する。

この場合，コニカルビーカと冷却容器にそれぞれ温度計を入れて溶解の間硫酸の温度が10℃以上にならないよう冷却容器の温度を調節する。

5.2 測定準備

a) 機器取扱説明書に従って電気電導度滴定装置を調整する(1)。

b) ビュレット内の0.6mol/l硫酸第一鉄溶液の温度を測定し，標準溶液温度補正表（**付表1**）で補正しておく。

c) 滴定装置の条件を設定する。

1) 検出方法 変曲点検出

2) 表示単位 mV

その他の条件については，機器取扱説明書に従って調整する。

注(1) **JIS K 0113**参照。

5.3 測定

a) **5.1 c)**の試料溶液が中心に約1～1.5cmの渦を描くようにマグネチックスターラでかくはんする。

b) コニカルビーカに温度計を取り付ける。

c) 電極を試料溶液に浸す。

d) 0.6mol/l硫酸第一鉄溶液を少量ずつに分けてゆっくり分注する。

0.6mol/l硫酸第一鉄溶液を一度に多量に滴下すると反応温度が急激に上昇するので，窒素量とサンプル量から1回の分注量，待ち時間，分注量合計を設定しておく。

e) 分注が終了し終点に近付いたらゆっくりと滴定する。

f) 滴定が終点に達したら，滴定に要した0.6mol/l硫酸第一鉄溶液の量（ml）と最終電圧（mV）を記録する。

g) 滴定が終了したらマグネチックスターラを停止させ，試料溶液の入ったコニカルビーカをはずす。

h) かわりに洗浄用濃硫酸の入ったコニカルビーカを取り付け，電極を洗浄する。

5.4 標定

0.6mol/l硫酸第一鉄溶液を**総則**の**8.4**に従って標定し規定度を求める。

6. 計算

発射薬中のニトロセルロースの窒素量 A（%）は，次の式によって算出する。

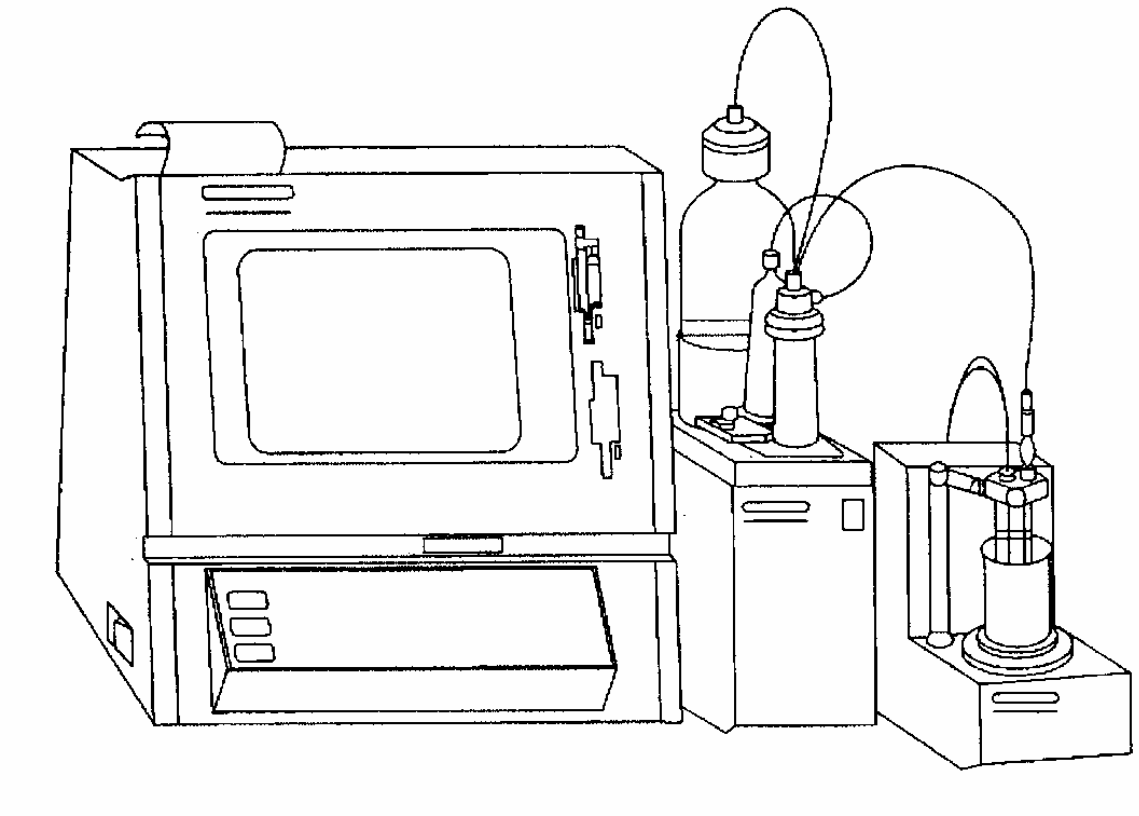
$$A = \frac{0.7BC}{D}$$

ここに，A：発射薬中のニトロセルロースの窒素量（%）

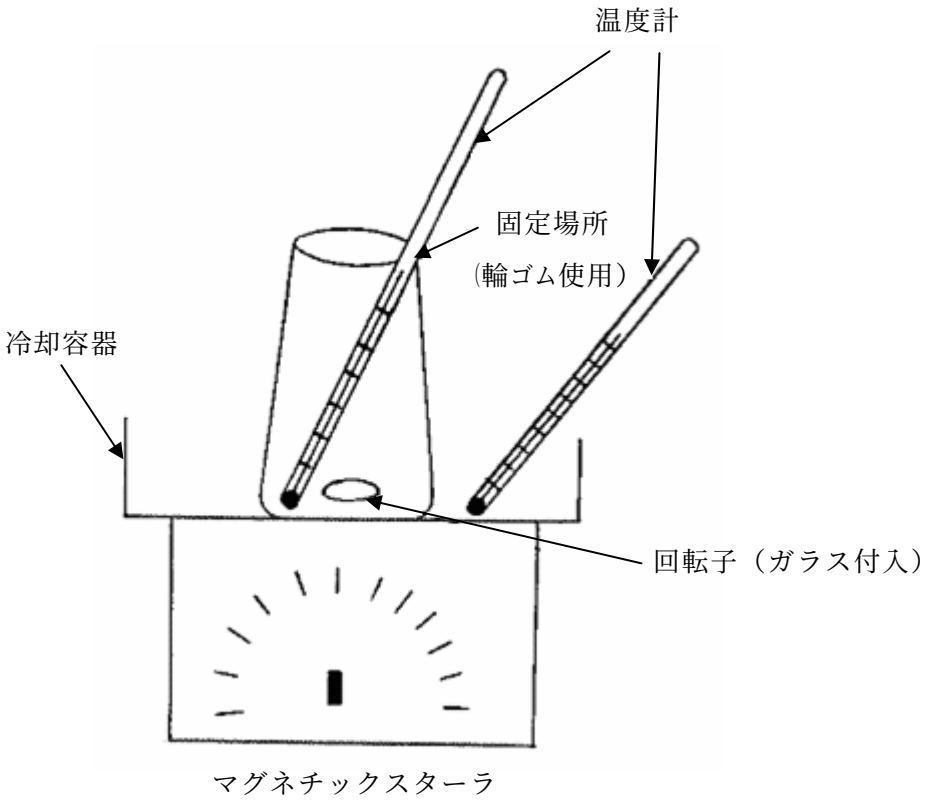
B：0.6mol/l硫酸第一鉄溶液の滴定量（温度補正をしたもの）（ml）

C：0.6mol/l硫酸第一鉄溶液の濃度（mol/l）

D：試料の質量（g）



付図１　電位差滴定装置（参考）



付図２　溶解用冷却装置（参考）

付表１　標準溶液温度補正表

×10^{-2}

t℃ / ml	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	t℃ / ml
10	3	2	2	1	1	0	1	1	2	2	3	3	4	4	5	6	7	7	7	8	8	9	9	10	10	11	10
11	3	2	2	1	1	0	1	1	2	2	3	4	4	5	5	6	7	7	8	8	9	10	10	11	11	12	11
12	3	3	2	1	1	0	1	1	2	3	3	4	5	5	6	7	7	8	9	9	10	11	11	12	13	13	12
13	4	3	2	1	1	0	1	1	2	3	4	4	5	6	6	7	8	9	9	10	11	12	12	13	14	14	13
14	4	3	2	2	1	0	1	2	2	3	4	5	5	6	7	8	8	9	10	11	12	13	13	14	15	15	14
15	4	3	2	2	1	0	1	2	2	3	4	5	6	7	7	8	9	10	11	12	12	14	14	15	16	17	15
16	4	4	3	2	1	0	1	2	3	4	4	5	6	7	8	9	10	11	11	12	13	15	15	16	17	18	16
17	5	4	3	2	1	0	1	2	3	4	5	6	7	7	8	9	10	11	12	13	14	16	16	17	18	19	17
18	5	4	3	2	1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	17	17	18	19	20	18
19	5	4	3	2	1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13	14	15	16	18	18	19	20	21	19
20	5	4	3	2	1	0	1	2	3	4	6	7	7	9	10	11	12	13	14	15	17	19	19	20	21	22	20
21	6	5	3	2	1	0	1	2	3	5	6	7	8	9	10	12	13	14	15	16	17	20	20	21	22	23	21
22	6	5	4	2	1	0	1	2	4	5	6	7	8	10	11	12	13	15	16	17	18	21	21	22	23	24	22
23	6	5	4	3	1	0	1	3	4	5	6	8	9	10	11	13	14	15	16	18	19	22	22	23	24	25	23

試験方法１０４．２
ニトログリセリン試験方法
（酢酸抽出法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のニトログリセリンの定量試験方法について規定する。

この方法は窒素量が12.2%以上のニトロセルロースを含む発射薬中のニトログリセリンの定量に適用する。窒素量の低いニトロセルロースを含む発射薬にこの方法を適用すると，正の分析誤差を生ずる。さらに無機硝酸塩のような第一鉄イオンにより還元される他の成分が抽出される場合は，計算は修正しなければならない。また，この方法はアルミニウムのような反応しやすい成分が含まれる場合は適用できない。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約3gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 酢酸溶液（65～70%）　水酸化ナトリウム標準溶液で滴定して濃度を調べる。

b) 0.2mol/l三塩化チタン溶液　**総則**の**8.1**による。

c) 0.7mol/l硫酸第一鉄アンモニウム溶液　**総則**の**8.5**による。

d) チオシアン酸アンモニウム溶液（20%）　**総則**の**9.6**による。

e) 塩酸溶液（6mol/l）

f) 不活性ガス　炭酸ガス又は窒素ガス

4. 装置・器具

a) 三角フラスコ　500ml

b) メスフラスコ　250ml

c) 滴定フラスコ（総則の付図１）

d) 加熱器

e) 還流冷却器

f) ピペット

g) ろ紙　５種Ｂ

h) 沸騰石　ガラス材質のもの。

5. 操作

5.1 試料の抽出ろ過

a) 試料を三角フラスコに入れ酢酸溶液（65～70%）100mlを加える。

b) 三角フラスコに還流冷却器を取り付け，加熱器上で加熱して約３０分間静かに沸騰する。

この場合試料が十分かくはんされる程度に強く沸騰しなければならないが突沸を起こさないように注意する。沸騰が弱くてかくはんが十分でない場合は時々手でフラスコを振るようにする。

c) ３０分間経過したら，還流冷却器を付けたまま三角フラスコを加熱器上から下ろし，冷水浴中で室温まで冷却する。

d) 還流冷却器を取り外し，酢酸溶液（65～70%）で還流冷却器の内壁を洗い，洗液を三角フラスコに加える。

e) 三角フラスコ内の溶液をろ紙で250mlメスフラスコにろ過し，三角フラスコ及びろ過残さを酢酸溶液（65～70%）100mlでよく洗い，洗液をろ液に加える。

f) メスフラスコ内のろ液を酢酸溶液（65～70%）で標線まで希釈し，よく混合する。

5.2 還元

a) 滴定フラスコに不活性ガス源を取り付け，ゆっくりガスを流して滴定フラスコ内の空気を置換する。不活性ガスは，以後の操作の間中流し続ける。

b) 不活性ガスを流して５分間経過したら，抽出物の酢酸溶液［**5.1 f)**］でピペットを洗い，この溶液の一定量（ニトログリセリン0.1～0.2gを含む）をひょう量して滴定フラスコに取り，酢酸で100mlに希釈する。

c) 0.7mol/l硫酸第一鉄アンモニウム溶液15mlをひょう量して滴定フラスコに加える。

d) 滴定フラスコに塩酸溶液（6mol/l）15ml及び数個の沸騰石を加える。

e) 滴定フラスコに還流冷却器を取り付け，加熱器上で加熱し，溶液を５分間静かに沸騰する。次に還流冷却器をつけたまま滴定フラスコを加熱器上から下ろす。

備考 この場合，溶液の色は，黄色から反応状況によって暗緑色，赤かっ色又は黄金色に変化する。

5.3 滴定

a) 不活性ガス流をわずかに増加し，滴定フラスコを冷水浴につけて溶液を室温まで冷却し，還流冷却器を取り外す。

b) 滴定フラスコ内の溶液を第二鉄イオンの赤かっ色又は黄金色の減少する終点近くまで0.2mol/l三塩化チタン溶液で滴定する。

c) 終点近くになったら，チオシアン酸アンモニウム溶液（20%）5mlを加え，溶液の深赤色が消えるまで滴定を続ける。使用した0.2mol/l三塩化チタン溶液の全量を記録する。

5.4 空試験 酢酸溶液（65～70%）100ml，塩酸溶液（6mol/l）15ml及び試料溶液に加えたのと同量の0.7mol/l硫酸第一鉄アンモニウム溶液を用いて空試験を行う。ブランク滴定は0.5mlより多くてはならない。

6. 計算 発射薬中のニトログリセリン A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{2.523(B - C)D}{E(1 - F/100)}$$

ここに，A：発射薬中のニトログリセリン（%）

B：試料溶液に要した0.2mol/l三塩化チタン溶液の量（ml）

C：空試験に要した0.2mol/l三塩化チタン溶液の量（ml）

D：三塩化チタン溶液の濃度（mol/l）

E：滴定した試料溶液量に相当する試料の質量（g）

F：全揮発分（%）

K 4816B

試験方法１０５．１
ニトログアニジン試験方法
（水抽出法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のニトログアニジンの定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。また，試料の調製は，**総則**の**6.**による。

3. 試薬

抽出溶剤 n－ペンタン－塩化メチレン混合溶液（2＋1）

4. 装置・器具

a) るつぼ形ガラスろ過器 1G2

b) 吸引ろ過装置

c) 乾燥器

d) デシケータ

5. 操作

5.1 試料の抽出ろ過

a) 抽出溶剤を用いて**試験方法101.1**により試料を抽出する。

b) 抽出が完了したならば，るつぼ形ガラスろ過器を吸引ろ過装置上に置き，抽出溶剤の臭いがなくなるまで吸引ろ過する。

c) るつぼ形ガラスろ過器を100℃±5℃の乾燥機で2時間乾燥する。

d) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

e) 前後のひょう量間の質量変化が3mg以下になるまで乾燥とひょう量を繰り返す。

5.2 水抽出

a) るつぼ形ガラスろ過器を再び吸引ろ過装置上に置き，極めて軽く吸引しながら沸騰水200mlを８回るつぼに通してニトログアニジンを抽出する。

b) 最後の200mlの沸騰水を通したあと，約５分間るつぼ形ガラスろ過器を吸引し続ける。

5.3 乾燥とひょう量

a) るつぼ形ガラスろ過器を100℃±5℃の乾燥機で２時間乾燥する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

c) 前後のひょう量間の質量変化が3mg以下になるまで乾燥とひょう量を繰り返す。

6. 計算 発射薬中のニトログアニジン *A*（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100(B - C)}{D\ (1 - E / 100)} - F$$

ここに，*A*：発射薬中のニトログアニジン（%）

B：水抽出前のるつぼ形ガラスろ過器の質量（g）

C：水抽出後のるつぼ形ガラスろ過器の質量（g）

D：試料の質量（g）

E：全揮発分（%）

F：試料中のニトログアニジン以外の水溶性成分（**NDS K 4301**又は**試験方法206.1**で求める。）

試験方法１０６．１
ジニトロトルエン試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のジニトロトルエンの定量試験方法について規定する。

定量の妨害となるニトログリセリンが含まれる場合は，**NDS K 4102**によりニトログリセリンを滴定した後の溶液について，この方法の**5.1 a)**以降の操作を適用する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 酢酸

b) 0.2mol/l三塩化チタン溶液 総則の**8.**による。

c) 0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液 総則の**8.6**による。

d) チオシアン酸アンモニウム溶液（20%） 総則の**9.6**による。

e) 塩酸溶液（6mol/l）

f) 不活性ガス 窒素ガスなど

4. 装置及び器具

a) メスフラスコ 250ml

b) 滴定フラスコ（総則の付図１）

c) 還流冷却器

d) 加熱器

e) ピペット

f) 沸騰石 ガラス材質のもの。

g) 冷水浴

5. 操作

5.1 試料の抽出

a) 試験方法101.1により試料を抽出し，抽出溶剤を蒸発して抽出物を乾燥する。

b) 乾燥抽出物を酢酸10～15mlに溶かす。

c) この溶液をメスフラスコに移し，酢酸で標線まで希釈する。この場合，酢酸は膨張率が大きいので酢酸を入れてしまうまでは溶液の温度を一定に維持しなければならない。

5.2 還元

a) 滴定フラスコに不活性ガス源を取り付け，ゆっくりガスを流して滴定フラスコ内の空気を置き換える。不活性ガスは，以後の操作の間中流し続ける。

b) 不活性ガスを流してから５分間経過したら，抽出物の酢酸溶液［**5.1 c)**］でピペットを洗い，この酢酸溶液25mlをひょう量して滴定フラスコに取る。

c) 発射薬規格又は仕様書から試料中のジニトロトルエン公称含量（%）を確認し，0.2mol/l三酸化チタン溶液の一定量（ジニトロトルエン1%当たり4ml）をひょう量して滴定フラスコに加える。

d) 滴定フラスコに塩酸溶液（6mol/l）15ml及び数個の沸騰石を加える。

e) 滴定フラスコに還流冷却器を取り付け，加熱器上で加熱し，溶液を５分間静かに沸騰させる。次に還流冷却器を付けたまま滴定フラスコを加熱器上から下ろす。

5.3 滴定

a) 不活性ガス流をわずかに増加し，滴定フラスコを冷水浴につけて溶液を定温まで冷却し，還流冷却器を取り外す。

b) チオシアン酸アンモニウム溶液（20%）5mlを加え，0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液で，溶液が赤色を呈し，消えなくなるまで滴定する。

5.4 空試験 酢酸25ml，塩酸溶液（6mol/l）15ml及び試料抽出溶液に加えたのと同量の0.2mol/l三塩化チタン溶液を用いて空試験を行う。空試験溶液は，終点近くまで0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液で滴定し，ついでチオシアン酸アンモニウム溶液（20%）5mlを加えて終点まで滴定する。

6. 計算 発射薬中のジニトロトルエン A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{1.518(B - C)D}{E(1 - F/100)}$$

ここに，A：発射薬中のジニトロトルエン（%）

B：空試験に要した0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液の量（ml）

C：試料溶液に要した0.15mol/l硫酸第二鉄アンモニウム溶液の量（ml）

D：硫酸第二鉄アンモニウム溶液の濃度（mol/l）

E：滴定した試料溶液に相当する試料の質量（g）

F：全揮発分（%）

K 4816B

試験方法１０９．１
フタル酸エステル試験方法（吸光光度法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のフタル酸エステルの定量試験方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) エチルアルコール

b) 0.5mol/lアルコール性水酸化カリウム溶液　水酸化カリウム約16gをエチルアルコール550mlに溶かす。

c) 塩化ナトリウム（固体）

d) 水酸化カリウム（固体）

e) イソプロピルエーテル

f) 塩酸

g) 空試験液　塩酸10mlと塩化ナトリウム10gを水1Lに溶かす。

h) フタル酸標準溶液　110℃で２時間乾燥したフタル酸水素カリウム［C_6H_4（COOK）（COOH）］0.1200gをひょう量し，水50～100mlに溶かす。この溶液を500mlメスフラスコに移し，塩酸5mlを加え，更に水で標線まで希釈する。この溶液1mlはフタル酸0.195mgを含む。

4. 装置・器具

a) メスフラスコ　100ml，250ml

b) ビーカ　500ml

c) 分液漏斗　500ml

d) 時計皿

e) 蒸気浴

f) 加熱器

g) 光電分光光度計

h) シリカセル　セル幅10mm

i) ろ紙　５種Ｃ

j) リトマス紙

5. 操作

5.1 試料のけん化

a) **試験方法101.1**により，試料を抽出し，抽出溶剤を蒸発させて抽出物を乾燥する。

b) 乾燥抽出物をエチルアルコール10mlに溶かし，0.5mol/lアルコール性水酸化カリウム溶液10mlを加える。

c) 抽出フラスコに時計皿でふたをし，蒸気浴上で２時間加熱した後，室温まで冷却する。

d) 抽出フラスコに水5mlと塩酸5mlを加え，更に水を加えて約100mlにする。塩化ナトリウム5gを加え，完全に溶解する。

備考 塩化ナトリウムの添加は液相の分離を助け，過剰のあわ立ちを防ぐ。

e) この溶液をろ紙でビーカにろ過し，ろ過残留物を水100mlで洗い，洗液をろ液に加える。ろ液に水酸化カリウムを加えリトマス紙に対し，アルカリ性（pH約9）にする。ろ紙と残留物は捨てる。

5.2 抽出

a) ビーカ内のろ液を分液漏斗に移し，ビーカを水で洗って洗液も分液漏斗に加える。分液漏斗にイソプロピルエーテル100mlを加え５分間激しく振とうした後，水層をビーカに流し出す。

b) 分液漏斗に残ったイソプロピルエーテル層に水10mlを加え，同様に激しく振とうした後，水層をビーカに流し出す。この操作を３回繰り返しフタル酸エステルを完全に水に抽出する。

c) ビーカに時計皿でふたをし，加熱器上で加熱し，約50mlまで濃縮する。ビーカを加熱器上からおろし室温まで冷却する。

d) ビーカに塩酸5mlを加え，ろ紙で250mlメスフラスコにろ過する。ビーカを温水100mlで洗い，洗液も同様にろ過する。

5.3 吸光度の測定

a) 250mlメスフラスコ内のろ液を標線まで希釈し，この溶液の一定量（フタル酸5～9mgを含む）をひょう量して100mlメスフラスコに取り，空試験液で標線まで希釈する。ただしろ液中のフタル酸の質量 A（mg）は，次の式により算出する。

$$A = \frac{1.6613\,BC}{D}$$

ここに，A：ろ液中のフタル酸（mg）

B：フタル酸エステルの公称含量（%）

C：試料の質量（g）

D：フタル酸エステルの分子量

b) この溶液の一部をシリカセルに取り，275nmの波長で，空試験液を対照液として吸光度を測定する。

5.4 吸光係数の測定

a) フタル酸標準溶液を空試験液で希釈して100ml当たりフタル酸5～9mgを含む6個のフタル酸溶液を段階的に調製する。

b) これらの各溶液をそれぞれシリカセルに取り，275nmの波長で，空試験液を対照液として吸光度を測定する。

c) 測定した吸光度から吸光係数Eを次の式によって算出し，６個の平均値をフタル酸の吸光係数とする。

$$E=\frac{F}{G}$$

ここに，E：フタル酸の吸光係数

F：フタル酸の濃度（mg/100ml）

G：吸光度

6. 計算 発射薬中のフタル酸エステル H（%）は，次の式によって算出する。

$$H=\frac{EGD}{1.6613C(1-I/100)}$$

ここに，H：発射薬中のフタル酸エステル（%）

E：フタル酸の吸光係数

G：試料溶液の吸光度

D：試料中に含まれるフタル酸エステルの分子量

C：採取した試料溶液量［**5.3 a)**］に相当する試料の質量（mg）

I：全揮発分（%）

試験方法１１０．４
ジフェニルアミン及びエチルセントラリット試験方法（吸光光度法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のジフェニルアミン及びエチルセントラリットの定量試験方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。ただし，ジフェニルアミン又はエチルセントラリットのどちらかの公称含量が2%以上の場合は1gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) ジフェニルアミン標準溶液　ジフェニルアミン（結晶）を室温でn－プロピルアルコールに飽和させ，5℃まで冷却して再結晶させる。次に，同様の手順でエチルアルコールから再結晶させ，これをろ過してゴムダイアフラムで圧して乾燥し，更に光をさえぎった真空デシケータ内で乾燥し恒量にする。

この乾燥したジフェニルアミン0.1000gをひょう量して1000mlメスフラスコに取り，エチルアルコールを加えて溶かし，更にエチルアルコールで標線まで希釈する。この溶液1mlはジフェニルアミン0.1mgを含む。

b) エチルセントラリット標準溶液　エチルセントラリット（結晶）を**a)**の手順によりエチルアルコールから２回再結晶し，乾燥して恒量にする。

この乾燥したエチルセントラリット0.1000gをひょう量して1000mlメスフラスコに取り，エチルアルコールを加えて溶かし，更にエチルアルコールで標線まで希釈する。この溶液1mlはエチルセントラリット0.1mgを含む。

c) エチルアルコール

d) 水酸化ナトリウム溶液（15%）

4. 装置・器具

a) 水蒸気蒸留装置（付図１）　一つの蒸留のみ行うときは三つ口フラスコの蒸気出口に栓をする。

b) メスフラスコ　100ml，1000ml

c) 光電分光光度計

d) シリカセル　セル幅10mm

5. 操作

5.1 試料の水蒸気蒸留

a) 試料を水蒸気蒸留装置のフラスコに入れ水酸化ナトリウム溶液（15%）200mlを加える。

b) フラスコに水蒸気を流して毎分7～9mlの留出速度で350～400mlの留出液を受器に集める。

c) 留出液を1000mlメスフラスコに移し，受器をエチルアルコールで洗って洗液も1000mlメスフラスコに加え室温まで冷却する。

5.2 吸光度の測定

a) 1000mlメスフラスコ内の溶液をエチルアルコールで標線まで希釈し，この溶液の一定量（ジフェニルアミン約0.4mg又はエチルセントラリット約1.5mgを含む。）をひょう量して100mlメスフラスコに取り，エチルアルコールで標線まで希釈する。

b) この溶液の一部をシリカセルに取り，エチルアルコールを対照液としてジフェニルアミンのみが含まれる場合は285nm，ジフェニルアミンとエチルセントラリットが共に含まれる場合は，285nm及び247nmの両波長における吸光度を測定する。

5.3 吸光係数の測定

a) ジフェニルアミン標準溶液を希釈して100ml当たりジフェニルアミン0.1，0.2，0.4及び0.6mgを含む４個のジフェニルアミン溶液を段階的に調製する。

エチルセントラリット標準溶液を希釈して100ml当たりエチルセントラリット0.5，1.0，1.5及び2.0mgを含む４個のエチルセントラリット溶液を段階的に調製する。

b) これらの溶液の一部をシリカセルに取り，エチルアルコールを対照液として，試料中にジフェニルアミンのみが含まれる場合は285nmの波長でジフェニルアミン溶液の吸光度を測定する。エチルセントラリットのみが含まれる場合は，247nmの波長でエチルセントラリット溶液の吸光度を測定する。また，ジフェニルアミンとエチルセントラリットが共に含まれる場合は，285nm及び247nmの両波長で両方の溶液の吸光度を測定する。

c) 測定された吸光度から吸光度係数Aを次の式によって算出し，４個の平均値を指定波長におけるジフェニルアミン及びエチルセントラリットの吸光係数とする。平均値の標準偏差が，0.01を越す場合は，それ以下になるまで測定を繰り返す。

$$A = \frac{B}{CD}$$

ここに，A：ジフェニルアミン及びエチルセントラリットの吸光係数

B：吸光度

C：セル幅（cm）

D：ジフェニルアミン又はエチルセントラリットの濃度（mg/100ml）

6. 計算

6.1 発射薬中のジフェニルアミン又はエチルセントラリットの濃度 D（mg/100ml）は，次の式によって算出する。

ジフェニルアミンが単独に存在する場合

$$D_1 = A_1 B_1$$

エチルセントラリットが単独に存在する場合

$$D_2 = A_4 B_2$$

ジフェニルアミンとエチルセントラリットが共存する場合

$$D_1 = \frac{A_4 B_1 - A_3 B_2}{A_1 A_4 - A_2 A_3}$$

$$D_2 = \frac{A_2 B_1 - A_1 B_2}{A_2 B_3 - A_1 A_3}$$

ここに，D_1：発射薬中のジフェニルアミンの濃度（mg/100ml）

D_2：発射薬中のエチルセントラリットの濃度（mg/100ml）

A_1：285nmにおけるジフェニルアミンの吸光係数

A_2：247nmにおけるジフェニルアミンの吸光係数

A_3：285nmにおけるエチルセントラリットの吸光係数

A_4：247nmにおけるエチルセントラリットの吸光係数

B_1：285nmにおける試料溶液吸光度

B_2：247nmにおける試料溶液吸光度

6.2 ジフェニルアミン及びエチルセントラリットの濃度 D（mg/100ml）は，次の式によって百分率 E（%）に変換する。

$$E_1 = \frac{100\, D_1}{F\left(1 - G / 100\right)}$$

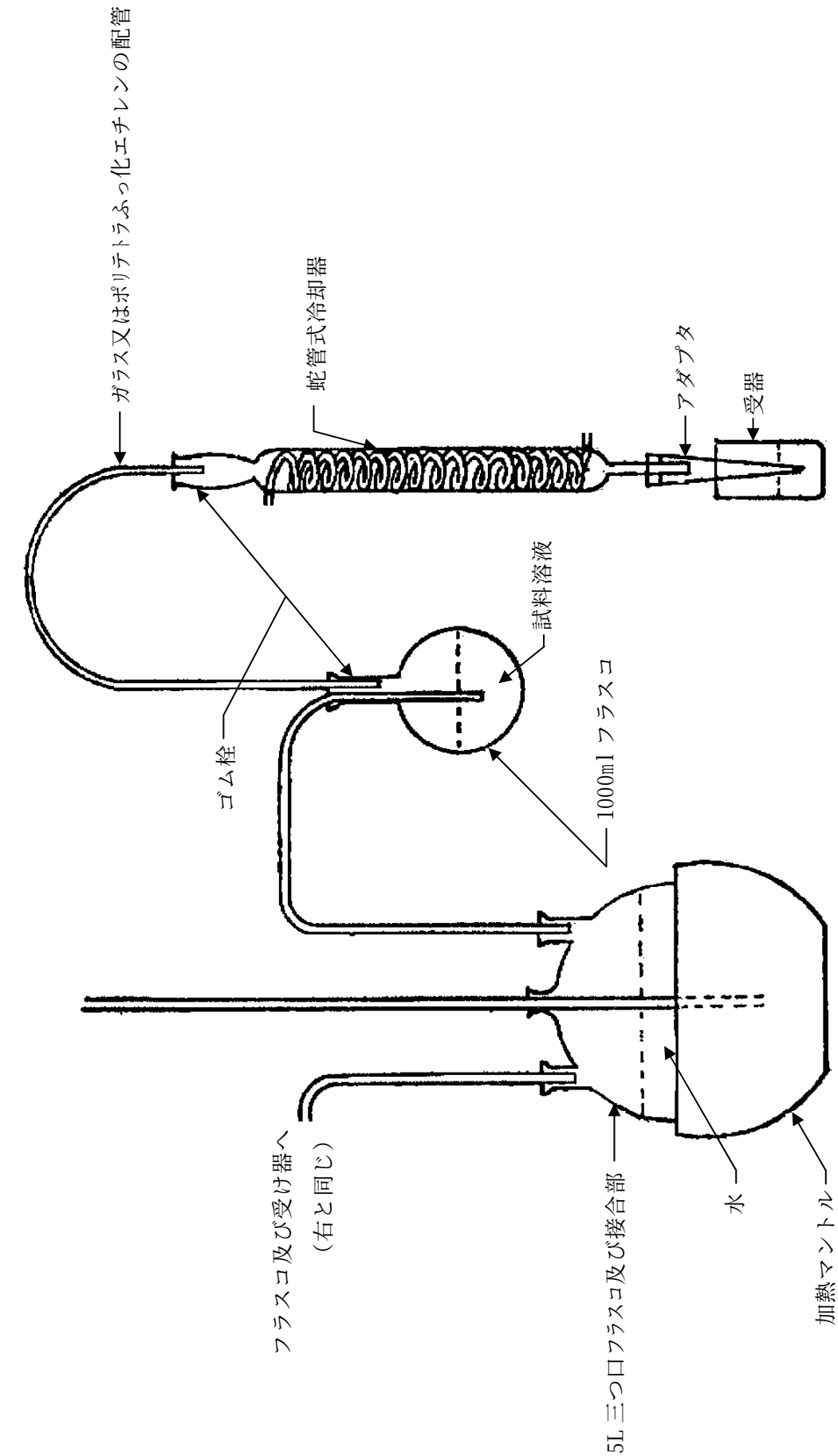
$$E_2 = \frac{100 D_2}{G\left(1 - H / 100\right)}$$

ここに，E_1：発射薬中のジフェニルアミン（%）

E_2：発射薬中のエチルセントラリット（%）

F：採取した試料溶液量［**5.2 a)**］に相当する試料の質量（mg）

G：全揮発分（%）



付図１　水蒸気蒸留装置（参考）

K 4816B

試験方法１１１．１
でんぷん試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のでんぷんの定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硝酸

b) 重クロム酸カリウム（結晶） 100℃で２時間乾燥したもの。

c) 硫酸溶液（40%）

d) よう化カリウム溶液（10%）

e) 0.6mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液 **総則**の**8.3**による。

f) でんぷん溶液 **総則**の**9.1**による。

4. 装置・器具

a) フラスコ 500ml

b) ビーカ 500ml

c) 時計皿

d) ガラスろ過器

e) ガラスろ過器（るつぼ形）

f) 蒸気浴

g) 加熱器

5. 操作

5.1 試料の抽出 深いガラスろ過器（るつぼ形）を抽出管の代わりに用い，**試験方法101.1**により試料を抽出する。

5.2 加水分解及び酸化

a) ガラスろ過器（るつぼ形）内の抽出残留物をフラスコに移し，水200mlと硝酸5mlを加え，蒸気浴上で３時間加熱する。蒸気浴上で加熱する場合抽出残留物中のでんぷんが完全に加水分解するようにかきまぜ棒で抽出残留物をつぶす。

b) フラスコ内の溶液をガラスろ過器でビーカにろ過し，ろ過残留物を熱水200mlで洗い，洗液

をろ液に加える。

c) ビーカ内のろ液を加熱器上で加熱蒸発させ，約10mlまで濃縮した後，室温まで冷却する。

d) この溶液に硫酸溶液（40%）50mlと100℃で２時間乾燥した重クロム酸カリウム1.250gをひょう量して加える。

e) 時計皿でビーカにふたをし，加熱器上で３０分間沸騰させた後，室温まで冷却する。

5.3 滴定

a) この溶液をフラスコに移し，水で約200mlに希釈し，よう化カリウム溶液（10%）50mlを加える。

b) この溶液を0.6mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液で微黄色を呈するまで滴定する。

c) でんぷん溶液5mlを加え，溶液の青色が消えるまで注意深く滴定を続ける。

6. 計算 発射薬中のでんぷん A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100B(C - DEF)}{G[(100 - H)/100]}$$

ここに，A：発射薬中のでんぷん（%）

B：重クロム酸カリウムのでんぷん相当量＝0.137

C：重クロム酸カリウムの質量＝1.250（g）

D：重クロム酸カリウムのミリグラム当量数＝0.04904

E：0.6mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量（ml）

F：チオ硫酸ナトリウム溶液の濃度（mol/l）

G：試料の質量（g）

H：全揮発分（%）

試験方法２０１．１
バリウム塩試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の硝酸バリウム又は炭酸バリウム（以下，バリウム塩という。）の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mg のけたまでひょう量した約 5g の粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硝酸

b) 塩酸

c) 硫酸溶液（5%）

4. 装置・器具

a) 反応容器 磁製蒸発皿（直径90㎜程度）又は磁製るつぼ（容積100㎖程度）

b) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

c) 蒸気浴 換気のよいドラフト内にいれたもの。

d) 加熱器

e) 乾燥器

f) 電気炉又はガスバーナ

g) デシケータ

h) ろ紙 ５種Ｃ

i) ビーカ 250㎖

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料を反応容器に取り，硝酸15㎖を加える。

b) 反応容器を蒸気浴上で加熱し，分解が始まったら蒸気浴上から下ろし，分解が収まるまで静置する。再び反応容器を蒸気浴上で加熱し試料を完全に分解する。

c) 反応容器を加熱器上に移し，静かに加熱して試料を炭化する。

d) 反応容器を電気炉又はガスバーナで炭化物が完全に燃え尽きるまで加熱した後，室温まで冷却する。

e) 反応容器の縁を最初に水5㎖で洗い，次に塩酸5㎖で洗った後，蒸気浴上で５～１０分間加

熱する。

f) 加熱後水約25mlを加え，ろ紙でビーカにろ過する。

ろ過残留物を水50mlで洗い，洗液をろ液に加える。

5.2 沈殿の生成

a) ろ液及び洗液を水で約75mlに希釈する。

b) 溶液を水浴中で加熱沸騰し，かくはんしながら徐々に硫酸溶液（5%）10mlを加え，少なくとも１時間水浴中に放置する。

c) 生成した沈殿物を質量既知のろ過器でろ過し，沈殿を水で洗う。カリウム塩を定量する場合は，このろ液を取っておく。

5.3 乾燥ひょう量

a) ろ過器を100℃の乾燥器で約１時間乾燥した後，電気炉で１５～３０分間暗赤色を呈する温度で強熱する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

6. 計算 発射薬中のバリウム塩 A（%）は，次の式によって算出する。

硝酸バリウム又は炭酸バリウムが単独に存在する場合

$$A_1 = \frac{112B}{C(1 - D/100)}$$

$$A_2 = \frac{84.55B}{C(1 - D/100)}$$

硝酸バリウムと炭酸バリウムが共存する場合

$$A_1 = \frac{112B}{C(1 - D/100)} - 1.324E$$

ここに，A_1：発射薬中の硝酸バリウム（%）

A_2：発射薬中の炭酸バリウム（%）

B：沈殿の質量（g）

C：試料の質量（g）

D：全揮発分（%）

E：炭酸バリウムの百分率（%）（**試験方法207.1**により定量）

試験方法２０２．３
カリウム塩試験方法
（テトラフェニルボロン法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の硫酸カリウム又は硝酸カリウム（以下，カリウム塩という。）の定量試験方法について規定する。

2. 試料　約75mgのカリウム塩を含む粉砕試料を0.1mgのけたまでひょう量して用いる。

3. 試薬

a) 0.2mol/l塩化アルミニウム溶液　塩化アルミニウム5gを水100mlに溶かす。

b) テトラフェニルボロンナトリウム溶液（3%）　テトラフェニルボロンナトリウム［$Na(C_6H_5)_4B$］9gを水300mlに溶かす。更に0.2mol/l塩化アルミニウム溶液2mlを加え，かくはんして３０分間静置した後，ろ過してポリエチレン製又はガラス製の瓶に保存する。なお，長く放置すると溶液が濁ってくることがあるので，この場合は，使用前に再ろ過して使う。

c) 塩酸

d) 硝酸

e) 硫酸

f) 硫酸溶液（5%）

4. 装置・器具

a) ビーカ　250ml

b) 時計皿

c) ガラスろ過器　1G又は1G4(1)

d) 吸引ろ過装置　ろ過速度を制御するため，吸引ラインに三方コックを有するもの。

e) 加熱器

f) 蒸気浴

g) 乾燥器

h) デシケータ

i) ろ紙　５種Ｂ

注(1)　**JIS R 3503**の**付図64**による。

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料をビーカに取り，硝酸30mlを加え，時計皿でふたをする。

b) ビーカを加熱器上で加熱し，分解が始まったら加熱器上から下ろし，分解が終わるまで静置する。再びビーカを加熱器上で加熱し，試料を完全に分解する。

c) ビーカを加熱器上から下ろし，硝酸2～3mlを加え，加熱器上に移し白煙が出るまで加熱する。更に硝酸を１滴ずつ加えすべての炭化物を分解する。

d) ビーカを加熱器上から下ろし，室温まで冷却する。時計皿及びビーカの内壁を水で洗い落とす。

e) ビーカを再び加熱器上で白煙が出なくなるまで加熱した後，室温まで冷却する。ビーカの底に黒い沈殿が発生又は溶液が多少黒ずんだ場合は，溶液が透明になるまで更に硝酸を1滴ずつ加える。

f) 水約50mlを加え，加熱器上で１５分間加熱する。

g) 加熱後この溶液をろ紙でビーカにろ過する。ろ過残留物を水で数回洗い，洗液をろ液に加える。

5.2 バリウム塩の除去 試料がバリウム塩を含む場合は，次のようにしてバリウム塩を除去する。バリウム塩を含まない場合は**5.3 a)**に移る。

a) ろ液に硫酸5mlを加え，水浴上で加熱沸騰し，かくはんしながら徐々に硫酸溶液（5%）10mlを加え，少なくとも１時間水浴上に放置する。

b) 生成した沈殿をビーカにろ過し，沈殿を水で洗って洗液をろ液に加える。

c) ろ液を水浴上で蒸発乾固又は白煙が出なくなるまで加熱蒸発する。

5.3 沈殿の生成

a) ビーカ内のろ液又はバリウム塩を除去した後の蒸発乾固した残留物を100mlに希釈し，0.2mol/l塩化アルミニウム溶液５～６滴又は濃塩酸1mlを加える。

b) この溶液をかくはんしながらテトラフェニルボロンナトリウム溶液（3%）約20mlを加え，５分間静置する。

c) 生成した沈殿を質量既知のガラスろ過器で吸引ろ過する。ビーカを水20mlずつで５回洗い，洗液も同様にろ過する。吸引する際には吸引ラインのストップコックによりろ過速度を調節して沈殿及び洗液のろ過を中断させないで連続して行う。

5.4 乾燥ひょう量

a) ガラスろ過器を120℃±5℃の乾燥器で３０分間乾燥する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

6. 計算 発射薬中のカリウム塩 *A*（%）は，次の式によって算出する。

硫酸カリウム又は硝酸カリウムが単独に存在する場合

$$A_1 = \frac{24.32B}{C(1 - D/100)}$$

$$A_2 = \frac{28.22B}{C(1 - D/100)}$$

硫酸カリウムと硝酸カリウムが共存する場合

$$A_2 = \frac{28.22B}{C(1 - D/100)} - 1.160E$$

ここに，A_1：発射薬中の硫酸カリウム（%）

A_2：発射薬中の硝酸カリウム（%）

B：沈殿の質量（g）

C：試料の質量（g）

D：全揮発分（%）

E：硫酸カリウムの百分率（%）（**試験方法206.1**により定量）

試験方法２０２．４
カリウム塩試験方法
（炎光分光光度法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の硫酸カリウム又は硝酸カリウム（以下，カリウム塩という。）の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約1gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硫酸

b) 硝酸

c) 硫酸カリウム標準溶液 硫酸カリウム7.7998gをひょう量し，1000mlメスフラスコに入れて水で標線まで希釈する。この溶液1mlはカリウムを3.5mg含む。

4. 装置・器具

a) メスフラスコ 100ml，1000ml

b) ビーカ 150ml

c) 時計皿

d) 加熱器 換気のよいドラフト内に入れたもの。

e) 加熱板

f) 炎光分光光度計

5. 操作

5.1 硫酸カリウム溶液の調整

a) 発射薬規格又は仕様書により試料のカリウム塩公称含量（%）を確認し，カリウム公称含量（ppm）を求める。

b) 硫酸カリウム標準溶液を用い，**表１**に従って試料の公称含量（ppm）に最も近い上下二つの硫酸カリウム溶液を調整する。

表１　カリウムの標準濃度

カリウム濃度 ppm	標準溶液濃度 ml/l
35	10
42	12
49	14
56	16
63	18
70	20

5.2　試料の分解

a) 試料をビーカに取り，硝酸15mlを加え，時計皿でふたをし，加熱器上で加熱して，試料を完全に溶かす。

b) ビーカを加熱器から下ろし，硫酸1mlを加える。

c) 白煙が出るまでビーカを加熱板上で加熱し，更に硝酸を１滴ずつ加えて炭化物を完全に分解する。

d) ビーカを加熱板上から下ろし，室温まで冷却し，時計皿とビーカ内壁を水で洗い落とす。

e) ビーカを再び加熱板上で，白煙が出なくなるまで加熱する。

この場合，溶液を蒸発乾固してしまってはならない。ビーカの底に黒い沈殿が発生又は溶液が多少黒ずんだ場合は，溶液が透明になるまで更に硝酸を1滴ずつ加える。

f) ビーカを加熱板上から下ろし，室温まで冷却した後，水20mlを加える。溶液が透明な場合は，**5.3 a)**の操作に移る。透明でない場合は溶液を加熱板上で1時間加熱し，室温まで冷却して100mlメスフラスコにろ過する。ビーカを水で洗い同様にろ過する。

5.3　透過率の測定

a) この溶液を100mlメスフラスコに移し，水で標線まで希釈する。

b) 機器取扱説明書の指示に従って炎光分光光度計を調整する。

1) 波長を768nmに調整する。

2) この波長における炎バックグランドを，水に入れたセルを吸引して測定する。炎バックグランドが透過率目盛で1.5よりも大きい場合は適切な炎バックグランドが得られるまで燃料圧力を調節する。

c) 試料溶液をセルに入れ，吸引バーナに吸引させて透過率を読み取る。

d) 各読みの前後に，詰まるのを防ぐため水を吸引する。

e) 試料溶液よりも低い濃度のカリウム溶液［**5.1 b)**］をセルに入れ，吸引して透過率を読み取る。

f) 試料溶液よりも高い濃度のカリウム溶液［**5.1 b)**］をセルに入れ，吸引して透過率を読み取る。

g) 次のようにして一次グラフ用紙に上に透過率－カリウム濃度（ppm）のグラフを作成する。

1) 横軸にカリウム濃度（ppm），縦軸に透過率を取り，二つのカリウム溶液に対して得られた値をプロットする。

2) 二点間に直線を引く。

h) 直線から試料溶液に対して得られた透過率に対するカリウム濃度（ppm）を求める。

6. 計算 発射薬中のカリウム塩 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A_1 = \frac{0.02229B}{C(1 - D/100)}$$

$$A_2 = \frac{0.02586B}{C(1 - D/100)}$$

ここに，A_1：発射薬中の硫酸カリウム（%）

A_2：発射薬中の硝酸カリウム（%）

B：試料溶液中のカリウム濃度（ppm）

C：試料の質量（g）

D：全揮発分（%）

K 4816B

試験方法２０３．１
すず又は二酸化すず及び黒鉛
試験方法（質量法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のすず又は二酸化すず及び黒鉛の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約3gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硝酸

b) 硝酸溶液（約30%）

c) 硝酸溶液（5%）

d) アセトン

4. 装置・器具

a) 三角フラスコ 250ml

b) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

c) 時計皿

d) 加熱器

e) 乾燥器

f) 電気炉

g) デシケータ

5. 操作

5.1 ろ過器の調製

a) ろ過器を硝酸溶液（約30%）10～15mlで洗い，更に水で洗って硝酸を除く。

b) 約100℃の乾燥器で１時間乾燥する。

c) ろ過器を焼いてひょう量する。

5.2 試料の分解

a) 試料を三角フラスコに取り，硝酸30mlを加え，時計皿でふたをする。

b) 三角フラスコを加熱器上で加熱して試料を完全に分解し，溶液を10mlまで濃縮する。

c) 三角フラスコの内壁を硝酸溶液（5%）で洗い，質量既知のろ過器で溶液をろ過する。

5.3 洗浄

a) ろ過器内の沈殿を熱水で洗い，硝酸を完全に除去した後アセトンで洗う。

　硝酸とアセトンは激しい反応を起こすので沈殿を熱水で洗った後のろ液はアセトンによる洗浄前に必ず捨てなければならない。

b) 最後にもう一度沈殿を熱水で洗う。

c) ろ過器を350℃の乾燥器で４０分間乾燥する。

d) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5.4　黒鉛の除去

a) ろ過器を800℃の電気炉で強熱しすべての炭化物を燃焼除去する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

6.　計算　発射薬中のすず *A*（%）又は二酸化すず *B*（%）及び黒鉛 *C*（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{78.77(D - E)}{F(1 - G/100)}$$

$$B = \frac{100(D - E)}{F(1 - G/100)}$$

$$C = \frac{100(H - D)}{F(1 - G/100)}$$

ここに，*A*：発射薬中のすず（%）

B：発射薬中の二酸化すず（%）

C：発射薬中の黒鉛（%）

D：黒鉛を除去した後のろ過器の質量［**5.4 b)**におけるひょう量値］（g）

E：ろ過器の質量［**5.1 c)**におけるひょう量値］（g）

F：試料の質量（g）

G：全揮発分（%）

H：黒鉛を除去する前のろ過器の質量［**5.3 d)**におけるひょう量値］（g）

試験方法２０３．２
すず又は二酸化すず試験方法
（よう素滴定法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のすず又は二酸化すずの定量試験方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約2gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硫酸

b) 硝酸

c) 塩酸

d) 塩化アンチモン溶液　塩酸100mlに三酸化アンチモン3.5ｇを加え，加熱して完全に溶解する。この溶液を水で500mlに希釈する。

e) 0.02mol/lよう素溶液　総則の8.10による。

f) でんぷん溶液　総則の9.1による。

g) 不活性ガス　窒素ガスなど

h) 鉄線　純度99.8%以上

i) 金属ニッケル　板状又は粒状

4. 装置・器具

a) 三角フラスコ　250ml

b) 加熱器　換気のよいドラフト内に入れたもの。

c) 蒸気浴

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料を三角フラスコに取り，硝酸10mlと硫酸5mlを加え，蒸気浴上で加熱して試料を完全に溶かす。

b) 三角フラスコを蒸気浴上から下ろし，硫酸5mlを加える。

c) 濃い無水硫酸の煙が出るまで三角フラスコを加熱器上で加熱し，更に硝酸を１滴ずつ加えて炭化物を完全に分解する。

d) 三角フラスコを加熱器上から下ろし，室温まで冷却し，内壁を水で洗い落とす。

e) 三角フラスコを再び加熱器上で加熱し，溶液を約5mlまで濃縮する。三角フラスコの底に黒い沈殿が発生又は溶液が多少黒ずんだ場合は，溶液が透明になるまで更に硝酸を1滴ずつ加える。

f) 三角フラスコを加熱器上から下ろし，室温まで冷却する。

5.2 還元

a) 水50ml，塩酸50ml，塩化アンチモン溶液100ml及び鉄線0.5gを加え，鉄線が完全に溶けるまで再び加熱する。

b) 三角フラスコに二穴栓をし，導入管に不活性ガス源を取り付け，三角フラスコ内に不活性ガスを流す。

c) 三角フラスコに金属ニッケル20gを加え，１５分間静かに加熱した後，冷水中で20℃まで冷却する。

5.3 滴定 三角フラスコ内の溶液にでんぷん溶液5mlを加え，0.02mol/lよう素溶液で溶液が青色を呈するまで滴定する。

6. 計算 発射薬中のすず A（%）又は二酸化すず B（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{5.935CD}{E(1 - F/100)}$$

$$B = \frac{7.535CD}{E(1 - F/100)}$$

ここに，A：発射薬中のすず（%）

B：発射薬中の二酸化すず（%）

C：0.02mol/lよう素溶液の滴定量（ml）

D：よう素溶液の濃度（mol/l）

E：試料の質量（g）

F：全揮発分（%）

試験方法２０４．１
鉛試験方法（硫酸鉛法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の鉛化合物の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 酢酸（70%）

b) 硝酸

c) 硫酸

d) 3mol/l硫酸溶液

e) エチルアルコール（50%）

f) エチルアルコール（95%）

4. 装置・器具

a) ビーカ 500ml

b) 時計皿

c) 加熱器 換気のよいドラフト内に入れたもの。

d) マッフル炉

e) 吸引ろ過装置

f) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

g) デシケータ

h) ガラス棒

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料をビーカに入れ，50mlの酢酸（70%），20mlの硝酸及び10mlの硫酸を加える。ビーカを時計皿で覆う。この際ガラス棒を三角形に曲げたものを挟んで蒸発ガスの飛散を容易にする。

b) ビーカを低温にセットした加熱器上で加熱する。

c) 10mlの硫酸を加え，白煙が出るまで加熱する。

d) ビーカを加熱器から下し，５～１０分間冷却する。次に5mlの硝酸を加え，再び白煙が出るまでビーカを加熱器上で加熱する。

e) 溶液が透明(1)になるまで**5.1 c)**，**d)**を繰り返す。溶液が透明になったら更に１０分間加熱し，室温に冷却する。

注(1) これは無色又はきわめてうすい黄色のいずれかである。

5.2 沈殿の生成

a) 一部の水を時計皿及びビーカの側壁を洗い落とすのに用い，続いて50mlの水を徐々に加える。水を急激に加えると突沸が起こることがあるので注意する。

b) 溶液を２～３分間激しく沸騰させる。次に室温に冷却し，エチルアルコール（95%）を加え，溶液を室温に２時間静置する。

c) この溶液を質量既知のろ過器を通して吸引ろ過する。3mol/l硫酸溶液を15～20mlずつ，５回用いてビーカ内の硫酸鉛の沈殿を完全にろ過器に移す。

d) ろ過器内の沈殿を，最初はエチルアルコール（50%）で２回，次にエチルアルコール（95%）で１回洗う。

5.3 乾燥ひょう量

a) ろ過器を５分間吸引し，次に100℃で１５～３０分間乾燥する。

b) ろ過器をマッフル炉にて500～600℃で１５分間焼き，デシケータ内で室温に冷却する。ろ過器をひょう量して沈殿の質量を求める。

6. 計算 発射薬中の鉛化合物 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100BC}{DEF(1 - G/100)}$$

ここに A：発射薬中の鉛化合物（%）

B：ろ過器の質量増加分（硫酸鉛の沈殿の質量）（g）

C：鉛化合物の分子量

D：化合物中の鉛原子の数

E：硫酸鉛の分子量＝303.3

F：試料の質量（g）

G：全揮発分（%）

K 4816B

試験方法２０５．１
無機硝酸塩試験方法

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の硝酸カリウム及び硝酸バリウム（以下，無機硝酸塩という。）の定量試験方法について規定する。

2. 用語の定義　この試験方法に用いる主な用語の定義は，次に掲げる規格による。

JIS K 0211

NDS Y 0001

3. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した0.3～0.5gの粉砕試料を用いる。

4. 試薬

a) 硝酸カリウム標準溶液　135～150℃で２時間乾燥した硝酸カリウム0.1630gをひょう量し，水に溶かす。この溶液を1000ml全量フラスコに移し，水で標線まで希釈する。この溶液1mlは，三酸化窒素0.10mgを含む。

b) 0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液

c) 硫酸

d) 硫酸（14mol/l）

e) 硫酸第一鉄溶液　硫酸第一鉄（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）2gを数滴の硫酸を含む水30mlに溶かす。この溶液に硫酸100mlを一度に加え，室温まで冷却する。この溶液は，試験の期間は毎日作り替える。

f) アセトン

g) 硝酸カリウム飽和溶液　乳鉢で硝酸カリウムを粉砕し，135～150℃の乾燥器で乾燥し冷却する。乾いた適当な大きさの瓶にこの硝酸カリウムを2.5g/lの濃度になるように，硝酸カリウム及びアセトンを加えよく振って一晩以上静置する。この溶液をろ紙でろ過する。ろ過の際，ろ紙の角を破ってはならない。

h) ろ過助剤　けい藻土

5. 装置・器具

a) 全量フラスコ　25ml，250ml，1000ml

b) 共通すり合わせ三角フラスコ　200ml，ガラス共栓付

c) 吸引フラスコ　250ml，500ml

d) ビーカ 300ml

e) 氷浴

f) 加熱器

g) 乾燥器

h) ガラスろ過器

i) 全量ピペット

j) ピペット

k) ブフナ漏斗形ガラスろ過器

l) ろ紙 ５種Ｃ

m) 光電分光光度計

n) セル 光電分光光度計用

o) メスシリンダ

6. 操作

6.1 けい藻土の処理 水約200mlにけい藻土15gを加え，懸濁液をブフナ漏斗形ガラスろ過器で吸引ろ過し，水で数回，更にアセトンで２回洗う。数分間けい藻土を通して空気を通過させた後，110～120℃で２時間乾燥し，ガラス瓶に保存する。

6.2 検量線の作成

a) 硝酸カリウム標準溶液10ml，25ml，及び50mlをそれぞれ全量ピペットでビーカに取り，0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液1.5mlを加える。水1.5mlをビーカに取り，以後の操作に従って同様に処理して試薬空試験液を作る。

b) これらの溶液を加熱器上で蒸発乾固した後，冷却して水3.0mlを加え，振って塩を溶かす。

c) 氷浴中で10～15℃に冷却し，メスシリンダにより硫酸10mlを加え，氷浴中に５分間静置する。

d) ビーカを氷浴中から取り出し，硫酸第一鉄溶液10mlをかくはんしながら加え，温度を22℃±2℃に調節する。

e) 25ml全量フラスコを硫酸（14mol/l）で洗い，この25ml全量フラスコにビーカ中の溶液を移す。ビーカを硫酸（14mol/l）で洗って洗液を25ml全量フラスコに加え，標線まで希釈する。

f) これらの溶液をよく振とうした後，１０分～２時間の間に溶液の一部をセルに取り，520nmの波長で試薬空試験液を対照液として吸光度を測定する。

g) 測定された吸光度から吸光度－三酸化窒素濃度（mg/25ml）の検量線を作成する。

6.3 試料の溶解

a) 共通すり合わせ三角フラスコを110～120℃の乾燥器で乾燥した後，ガラス共栓をして冷却する。

b) 試料の三酸化窒素公称含量により，次の質量の試料をこの共通すり合わせ三角フラスコに取る。ただし，硝酸カリウム及び硝酸バリウムの三酸化窒素含量は，それぞれ61.34%及び

47.45%である。

1) 試料の三酸化窒素公称含量が0～0.4%の間にある場合は，0.5gの試料を共通すり合わせ三角フラスコに取る。

2) 試料の三酸化窒素公称含量が0.4%以上の場合は，0.3gの試料を共通すり合わせ三角フラスコに取る。

c) 共通すり合わせ三角フラスコに硝酸カリウム飽和溶液25mlを加え，ガラス共栓をして室温で一晩静置して試料を溶解する。

硝酸カリウム飽和溶液25mlを共通すり合わせ三角フラスコに取り一晩静置し，以後の操作に従って同様に処理して空試験液を作る。

d) 共通すり合わせ三角フラスコに処理したけい藻土0.2gを加えて振り，微少不溶解物質（カーボランダムなど）を吸着させる。

e) ガラスろ過器を500ml吸引フラスコ中に置き，けい藻土の薄い層を作り水で洗い，更にアセトンで洗う。

f) 共通すり合わせ三角フラスコ内の溶液を振りこのガラスろ過器でろ過する。共通すり合わせ三角フラスコを硝酸カリウム飽和溶液で洗い，洗液も同様にろ過する。

6.4 無機硝酸塩のろ過分離

a) ガラスろ過器の外側をアセトンを湿した布でふいて乾かし，ガラスろ過器を清浄な250ml吸引フラスコ中に置く。

b) 元の共通すり合わせ三角フラスコを沸騰水で数回洗い，洗液をガラスろ過器に加え，硝酸塩を溶解ろ過する。この場合，沸騰水は全量で100～125mlを使用する。

6.5 吸光度の測定

a) ろ液中に存在する三酸化窒素が1.4%未満の場合は，ろ液をビーカに移す。1.4%以上の場合はろ液を250ml全量フラスコに移し，水で標線まで希釈する。更にこの溶液の一定量（三酸化窒素2.5～4.5mgを含む。）をピペットでひょう量してビーカに取る。

b) 0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液1.5mlを加え，**7.2 b)**～**f)**の操作に従って試料溶液を処理し，空試験液を対照液として吸光度を測定する。

c) あらかじめ作成した検量線から測定した吸光度に対する三酸化窒素濃度（mg/25ml）を求める。

7. 計算 発射薬中の三酸化窒素 A（%），硝酸カリウム B_1（%）又は硝酸バリウム B_2（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{C}{D(1 - E/100)} \times 100$$

硝酸カリウム又は硝酸バリウムが単独に存在する場合

$$B_1 = 1.630A$$

$$B_2 = 2.108A$$

硝酸カリウムと硝酸バリウムが共存する場合

$$B_1 = 1.630A - 0.7735F$$

ここに，A：発射薬中の三酸化窒素（%）

B_1：発射薬中の硝酸カリウム（%）

B_2：発射薬中の硝酸バリウム（%）

C：検量線より求めた試料溶液の三酸化窒素濃度（mg/25ml）

D：採取した試料溶液［**7.5 a)**］に相当する試料の質量（mg）

E：全揮発分（%）

F：硝酸バリウムの百分率（%）（**試験方法201.1**によって算出する。）

試験方法２０６．１
硫酸塩試験方法（水抽出－質量法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の硫酸カリウム又は硫酸ナトリウム（以下，硫酸塩という。）の定量試験方法について規定する。

2. 用語の定義 この試験方法に用いる主な用語の定義は，次に掲げる規格による。

JIS K 0211

NDS Y 0001

3. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5～10gの粉砕試料を用いる。粉砕試料は試験用ふるいの公称目開き710μmを通したものとする。

4. 試薬

a) 塩酸

b) 塩化バリウム溶液（10%）

c) 硝酸銀溶液（1%）

5. 装置及び器具

a) 全量フラスコ 200ml

b) 共通すり合わせ三角フラスコ 500ml

c) ビーカ 500ml

d) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

e) 共通すり合わせ還流冷却器

f) 加熱器

g) 乾燥器

h) 電気炉

i) デシケータ

j) ろ紙 ５種Ｂ

6. 操作

6.1 試料の水抽出

a) 試料を共通すり合わせ三角フラスコに取り，水約250mlを加える。

b) 共通すり合わせ三角フラスコに還流冷却器を取り付け，加熱器上で加熱し約４時間還流させる。

c) 共通すり合わせ三角フラスコから還流冷却器を取りはずし，還流冷却器の内壁及びすり合わせ接合部を水で洗い，洗液を共通すり合わせ三角フラスコに加える。

d) 共通すり合わせ三角フラスコ内の溶液をろ紙でビーカにろ過する。共通すり合わせ三角フラスコを熱水で完全に洗い，同様にろ過する。

e) ビーカ内のろ液に塩酸5mlを加え，加熱器上で加熱して約150mlまで濃縮する。

f) この溶液を室温まで冷やしたのち，全量フラスコに移し，水で標線まで希釈する。

g) この溶液の一定量（硫酸カリウム又は硫酸ナトリウム20～40mgを含む。）をひょう量してビーカに取る。

6.2 沈殿の生成

a) 溶液を加熱器上で加熱沸騰し，かくはんしながら徐々に塩化バリウム溶液（10%）50mlを加え，少なくとも1時間加熱器上に静置後，放冷しこのまま少なくとも10時間静置する。

b) 生成した沈殿を，熱水で十分洗い，質量既知のろ過器でろ過し，更に硝酸銀溶液（1%）でろ液中に塩素イオンの反応がなくなるまで水で洗浄する。

6.3 乾燥ひょう量

a) ろ過器を100℃の乾燥器で約１時間乾燥した後，温度を800～900℃に設定した電気炉で１５～３０分間加熱する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

7. 計算 発射薬中の硫酸塩 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A_1 = \frac{0.7466B}{C(1 - D/100)} \times 100$$

$$A_2 = \frac{0.6086B}{C(1 - D/100)} \times 100$$

ここに，A_1：発射薬中の硫酸カリウム（%）

A_2：発射薬中の硫酸ナトリウム（%）

B：沈殿の質量（g）

C：採取した試料溶液量に相当する試料の質量（g）

D：全揮発分（%）

試験方法２０６．２
硫酸塩試験方法（硝酸分解－質量法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の硫酸塩のうち硫酸カリウムの定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約10gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硝酸

b) 塩酸

c) 塩化バリウム溶液（10%）

4. 装置・器具

a) ビーカ 500ml

b) 磁製るつぼ

c) 加熱器

d) 乾燥器

e) 電気炉

f) デシケータ

g) 時計皿

h) ろ紙 ５種Ｃ

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料約10gをビーカに入れ，硝酸20mlを加え時計皿でふたをして加熱器上で加熱する。

b) 初期の反応が静止したらふたを外し，内容物を蒸発乾固する。次に塩酸を加え，再び蒸発乾固する。さらに，塩酸を加えて蒸発乾固する。

5.2 沈殿の生成

a) 蒸発乾固物に水100mlを加え，加熱器上で加熱する。塩化バリウム溶液（10%）15mlをゆっくり加えかくはんする。

b) 生成した沈殿をそのまま加熱器上で１時間加熱する。

c) 次に沈殿を暖かい内にろ紙でろ過する。沈澱を熱水で十分洗い，ろ液中に塩酸イオンの反

応がなくなるまで洗浄する。

5.3 乾燥ひょう量

a) 沈澱及びろ紙を，しゃく熱恒量にした質量既知の磁製るつぼに移し，乾燥器で乾燥する。

b) 次に電気炉で灰化し，800～900℃に強熱し，デシケータ内で冷却し，ひょう量する。

6. 計算 発射薬中の硫酸カリウム A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{74.65\,B}{C\left(1 - D / 100\right)}$$

ここに，A：発射薬中の硫酸カリウム（%）

B：沈澱の質量（g）

C：試料の質量（g）

D：全揮発分（%）

試験方法２０７．１
水溶性無機成分，炭素塩
及び黒鉛試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の水溶性無機成分，炭酸塩及び黒鉛の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) モルホリン

b) エチルエーテル

c) 3mol/l塩酸溶液

4. 装置・器具

a) ビーカ 250ml

b) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

c) 加熱器

d) 乾燥器

e) デシケータ

f) 電気炉

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料をビーカに取り，モルホリン50mlを加え，加熱器上で加熱して試料を溶解する。

モルホリン蒸気は，引火性であるので蒸気をビーカからあふれさせてはならない。蒸気が高く昇り過ぎた場合は，ビーカを加熱器上から下して冷却してから再び加熱するようにする。

b) ビーカ内の溶液を質量既知のろ過器でろ過する。ビーカにモルホリン25mlを入れ，白い蒸気が出るまで加熱した後，同様にろ過器でろ過する。

c) ろ過残留物を冷水で洗い，冷却すると共にすべてのモルホリンを除去する。さらに，ビーカをエチルエーテルで洗い，ろ過器でろ過する。エチルエーテルを完全にろ過したらろ過器の外側を清浄な布でふく。

d) ろ過器を100℃の乾燥器で30分間乾燥し，デシケータ内で室温まで冷却した後，0.1mgのけ

たまでひょう量する。

5.2 水溶性無機成分の除去

a) ろ過器内の残留物を温水25mlずつで４回洗い，次に少量のエチルエーテルで洗う。エチルエーテルの臭いがなくなるまでろ過器を吸引する。

b) ろ過器を100℃の乾燥器で30分間乾燥し，デシケータ内で室温まで冷却した後，0.1mgのけたまでひょう量する。

5.3 炭酸塩の除去

a) ろ過器内の残留物を3mol/l塩酸溶液50mlで洗い，次にエチルエーテル25mlで洗う。エチルエーテルの臭いがなくなるまでろ過器を吸引する。

b) ろ過器を100℃の乾燥器で30分間乾燥し，デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5.4 黒鉛の除去

a) ろ過器を700～800℃の電気炉で強熱し，すべての炭化物を燃焼除去する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

6. 計算 発射薬中の水溶性無機成分 A（%），炭酸カルシウム又は炭酸バリウム B（%）及び黒鉛 C（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100(D - E)}{F(1 - G/100)}$$

$$B = \frac{100(C - F)}{D}$$

$$C = \frac{100(F - H)}{D}$$

ここに，A：発射薬中の水溶性無機成分（%）

B：発射薬中の炭酸カルシウム又は炭酸バリウム（%）

C：発射薬中の黒鉛（%）

D：ろ過器と残留物の質量［**5.1 d)**におけるひょう量値］（g）

E：ろ過器と残留物の質量［**5.2 b)**におけるひょう量値］（g）

F：試料の質量（g）

G：全揮発分（%）

H：ろ過器と残留物の質量［**5.3 b)**におけるひょう量値］（g）

I：ろ過器と残留物の質量［**5.4 b)**におけるひょう量値］（g）

試験方法２０８．１
過塩素酸塩試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の過塩素酸カリウム及び過塩酸アンモニウム（以下，過塩素酸塩という。）の定量試験方法について規定する。

2. 試料 約0.2gの過塩素酸塩を含む試料を0.1mgのけたまでひょう量する。

3. 試薬

a) 硝酸溶液（約30%）

b) ニトロベンゼン

c) 0.05mol/l硝酸銀溶液 総則の**8.8**に準じて調整する。

d) 0.05mol/lチオシアン酸カリウム 総則の**8.9**による。

e) 硫酸第二鉄アンモニウム溶液 総則の**9.5**による。

4. 装置・器具

a) 火薬裁断機又はマイクロトーム

b) メスフラスコ 250ml

c) よう素滴定フラスコ 250ml

d) ビーカ

e) ピペット

f) 熱量ボンブ

g) 加熱器

h) ろ紙

5. 操作

5.1 試料の燃焼

a) 試料を火薬裁断機又はマイクロトームで切断して調製する。

注 過塩素酸塩を含む試料を粉砕器で粉砕してはならない。

b) 熱量ボンブに流す点火電流を決める。

c) 試料を熱量ボンブのカップに入れ，熱量ボンブの底に水25mlを入れる。

d) 電極に点火線をつなぎ，試料にしっかりくっつくようにする。

e) 熱量ボンブを防護たての後ろに置き，**5.1 b)**で決定した点火電流を流して試料を燃焼させ

る。

f) 熱量ボンブを室温まで冷却し，徐々にガス圧を下げた後，熱量ボンブを分解する。

5.2 溶解

a) 熱量ボンブの燃焼物を少量の水を用いてビーカに洗い出し，更に熱量ボンブの内部をよく洗って洗液をビーカに加える。

b) ビーカ内のろ液をろ紙で別のビーカにろ過し，ろ過残留物を水でよく洗う。

c) ビーカ内のろ液を加熱器上で加熱して250ml以下に濃縮する。

d) この溶液を室温まで冷却した後，メスフラスコに移し，水で標線まで希釈する。

5.3 滴定

a) この溶液25mlをピペットでよう素滴定フラスコに取り，硝酸溶液（約30%）10ml，硫酸第二鉄アンモニウム溶液3～5ml及びニトロベンゼン1～2mlを加える。

b) 0.05mol/l硝酸銀溶液50mlを0.1mlまでひょう量して加え，生成したニトロベンゼン中の塩化銀を凝固させるため，よう素滴定フラスコを数秒間激しく振る。

c) 過剰の硝酸銀を0.05mol/lチオシアン酸カリウム溶液で溶液が赤褐色を呈し，消えなくなるまで滴定する。

6. 計算 発射薬中の過過塩素酸塩 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{B(C - DE)F}{G(1 - H/100)}$$

ここに，A：発射薬中の過塩素酸カリウム及び過塩酸アンモニウム（%）

B：化合物のミリグラム当量を１０倍した値

過塩素酸カリウム：B＝1.386

過塩素酸アンモニウム：B＝1.17

C：0.05mol/l硝酸銀溶液の使用量（ml）

D：0.05mol/lチオシアン酸カリウム溶液の滴定量（ml）

E：0.05mol/lチオシアン酸カリウム溶液１mlに等価の硝酸銀溶液（ml）

F：硝酸銀溶液のモル濃度（mol/l）

G：滴定した試料溶液量に相当する試料の質量（g）

H：全揮発分（%）

K 4816B

試験方法２１０．１
カーボンブラック又は黒鉛試験方法
（質量法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中のカーボンブラック又は黒鉛の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硝酸

b) 硝酸溶液（30%）

c) アセトン－エーテル混合液（1+2）

4. 装置・器具

a) ビーカ 500ml

b) 時計皿

c) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

d) 加熱器

e) 乾燥器

f) 吸引ろ過装置

g) デシケータ

h) 電気炉

5. 操作

5.1 ろ過器の調整

a) ろ過層を硝酸溶液（30%）10mlで洗い，更に水で洗って硝酸を除く。

b) 約100℃の乾燥器で１時間乾燥する。

c) ろ過器を焼いてひょう量する。

5.2 試料の分解

a) 試料をビーカに取り，硝酸75mlを加え，時計皿でふたをする。

b) ビーカを加熱器上で加熱し，分解が始まったら加熱器上から下ろし，分解が収まるまで静置する。再びビーカを加熱器上で加熱して試料を完全に分解する。

c) ビーカを加熱器上から下ろし，室温まで冷却した後，水75mlを加え静置してカーボンブラック又は黒鉛の大部分を沈殿させる。

d) 沈殿を質量既知のろ過器で吸引ろ過し，ビーカを水で洗って溶液も同様に吸引ろ過する(1)。

注(1) 吸引が強すぎたり溶液がろ過層の面以下になると，カーボンブラック又は黒鉛がろ過層を通過することがあるので，吸引はろ液が毎秒２～３滴の速さで落ちる程度に弱く吸引し，ろ過器内の溶液は決してろ過層の表面以下にならないように注意しなければならない。これ以後の操作においても同様に，このような点に注意して行う。

5.3 洗浄

a) ろ過器内の沈殿を熱水で洗って硝酸を除去し，ろ液を捨てた後，約５分間弱く吸引する(2)。ガラスろ過器又は磁製ろ過器を100℃の乾燥器で約３０分間乾燥し，室温まで冷却する。

注(2) 硝酸とアセトンは激しい反応を起こすので沈殿を洗った後のろ液は次のアセトン－エーテル混合液（1＋2）による洗浄の前に必ず捨てなければならない。

b) ろ過器の沈殿をアセトン－エーテル混合液（1＋2）で洗い，有機成分を完全に溶解除去する。有機成分が完全になくなるとろ液の色がなくなる。

c) 更にアセトン－エーテル混合液（1＋2）の臭いがなくなるまでろ過器を弱く吸引する。

d) ろ過器を125±5℃の乾燥器で３０分間乾燥した後，デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5.4 カーボンブラック又は黒鉛の除去

a) ろ過器を700～800℃の電気炉で強熱し，すべての炭化物を燃焼除去する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

6. 計算 発射薬中のカーボンブラック又は黒鉛 A（%）は，次の式によって算出する。

試料に不水溶性無機成分を含まない場合

$$A = \frac{100(B - C)}{D(100 - E/100)}$$

試料に不水溶性無機成分を含む場合

$$A = \frac{100(B - F)}{D(100 - E/100)}$$

ここに，A：発射薬中のカーボンブラック又は黒鉛（%）

B：カーボンブラック又は黒鉛を除去する前のろ過器の質量［**5.3 d)**におけるひょう量値］（g）

C：ろ過器の質量［**5.1 c)**におけるひょう量値］（g）

D：試料の質量（g）

E：揮発分（%）

F：カーボンブラック又は黒鉛を除去した後のろ過器の質量［**5.4 b)**におけるひょう量値］（g）

試験方法２１１．２
氷晶石，硫酸カリウム及び黒鉛試験方法
（モルホリン法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の氷晶石，硫酸カリウム及び黒鉛の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) モルホリン

b) エチルエーテル

4. 装置・器具

a) ビーカ 250ml

b) ろ過器 ガラスろ過器又は磁製ろ過器

c) 加熱器

d) 乾燥器

e) 電気炉

f) デシケータ

5. 操作

5.1 試料の分解

a) 試料をビーカに取り，モルホリン50mlを加えて加熱器で加熱し，試料を溶解する。

注 モルホリン蒸気は引火性であるので蒸気をビーカからあふれさせてはならない。蒸気が高く昇り過ぎた場合は加熱器上から下ろし，冷却してから再び加熱するようにする。

b) ビーカ内の溶液を質量既知のろ過器でろ過する。ビーカにモルホリン25mlを入れ，白い蒸気が出るまで加熱した後，同様にろ過器でろ過する。

c) ろ過残留物を冷水で洗い，冷却すると共にすべてのモルホリンを除去する。更にビーカをエチルエーテルで洗い，ろ過器でろ過する。

エチルエーテルを完全にろ過したらろ過器の外側を清浄な布でふく。

d) ろ過器を100℃の乾燥器で３０分間乾燥した後，デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5.2 硫酸カリウムの除去

a) ろ過器内の残留物を温水25mlずつで４回洗い，次に少量のエチルエーテルで洗う。エチルエーテルの臭いがなくなるまでろ過器を吸引する。

b) ろ過器を100℃の乾燥器で３０分間乾燥した後，デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5.3 黒鉛の除去

a) ろ過器を700～800℃の電気炉で強熱し，すべての炭化物を燃焼除去する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

6. 計算 発射薬中の氷晶石 A（%），硫酸カリウム B（%）及び黒鉛 C（%）は，次の式によって算出する。

氷晶石だけが存在する場合

$$A = \frac{D - E}{F(1 - G/100)} \times 100$$

氷晶石と硫酸カリウムが共存する場合

$$B = \frac{D - H}{F(1 - G/100)} \times 100$$

$$A = \frac{H - E}{F(1 - G/100)} \times 100$$

氷晶石と黒鉛が共存する場合

$$C = \frac{H - I}{F(1 - G/100)} \times 100$$

$$A = \frac{I - E}{F(1 - G/100)} \times 100$$

氷晶石，硫酸カリウム及び黒鉛が共存する場合

$$B = \frac{B - G}{D(1 - E/100)} \times 100$$

$$C = \frac{H - I}{F(1 - G/100)} \times 100$$

$$A = \frac{I - E}{F(1 - G/100)} \times 100$$

ここに　A：発射薬中の氷晶石（%）

B：発射薬中の硫酸カリウム（%）

C：発射薬中の黒鉛（%）

D：ろ過器と残留物の質量［**5.1 d)**におけるひょう量値］（g）

E：ろ過器の質量（g）

F：試料の質量（g）

G：全揮発分（%）

H：ろ過器と残留物の質量［**5.2 b)**におけるひょう量値］（g）

I：ろ過器と残留物の質量［**5.3 b)**におけるひょう量値］（g）

試験方法３０１．１
水分試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の水分の定量試験方法について規定する。

この方法は，0.2%以下の水分の定量又はアルミニウム入り発射薬及びある種の水和化合物の水分定量には適用しない。

2. 試料 0.01gのけたまでひょう量した約100gの発射薬を試料とする。

試料は完全な薬粒を用いるのが望ましいが，薬粒が大きすぎて定量に長時間要する場合は，**総則**の**6.**に従って切断してもよい。

試料が大気にさらされている間の水分含量変化をできるだけ少なくするために，試料の切断，ひょう量及びフラスコに移す操作は速やかに行わなければならない。

3. 試薬

トリクロロエチレン又は四塩化炭素

4. 装置・器具

a) フラスコ 丸底フラスコ又は三角フラスコ，500ml

b) 球管冷却器 400ml

c) 乾燥管

d) 水分管（付図１）

e) 加熱器

5. 操作

5.1 試料の蒸留

a) 試料をフラスコに取り，トリクロロエチレン又は四塩化炭素200mlを加える。

b) 水分管の目盛部にトリクロロエチレン又は四塩化炭素を満たし，フラスコに取り付ける。水分管を乾いた球管冷却器に取り付け，大気中の水分を入れないため冷却部の頂部に乾燥剤を入れた乾燥管を取り付ける。

c) 蒸留物が冷却器から毎秒２～３滴の速さで滴下するようにフラスコを加熱し，**表１**に示す時間蒸留を継続する。

表1　蒸留時間

発射薬の薬厚 mm	薬粒の状態	蒸留時間 時間
0.500未満	そのまま	3
0.500～1.000	そのまま	5
1.001～1.500	そのまま	10
1.501～5.000	そのまま	16
	薄片細断	8
5.000を超えるもの	そのまま	24
	薄片細断	8

d) 熱源を取り除き，目盛管内の水層の容積が一定になるまでトリクロロエチレン又は四塩化炭素約10mlずつで冷却器内の水滴を洗い流す。

冷却器の洗浄には通常全量で30～50mlのトリクロロエチレン又は四塩化炭素を要する。

5.2　水の容積測定

a) 水分管の上のメニスカスの管壁と接する点を読む。次に下のメニスカスの管壁と接する点を読む。

注　水1mlを加えるとメカニカスでの分離を容易にする。もし，水1mlを加えたなら，目盛りを読む時はその分を調整する必要がある。

メニスカスを読みやすくするために水分管及び冷却器の表面を適当なシリコン処理剤で処理してはっ水性にしてもよい。ただし，はっ水剤を使用した場合の上のメニスカスと管壁の接する点と，下のメニスカスの中心とをメニスカスリーダを用いて読む。

b) 読みの差を取り，試薬中の水の容積を求める。

6.　計算　発射薬中の水分 A（%）は，次の式によって算出する。

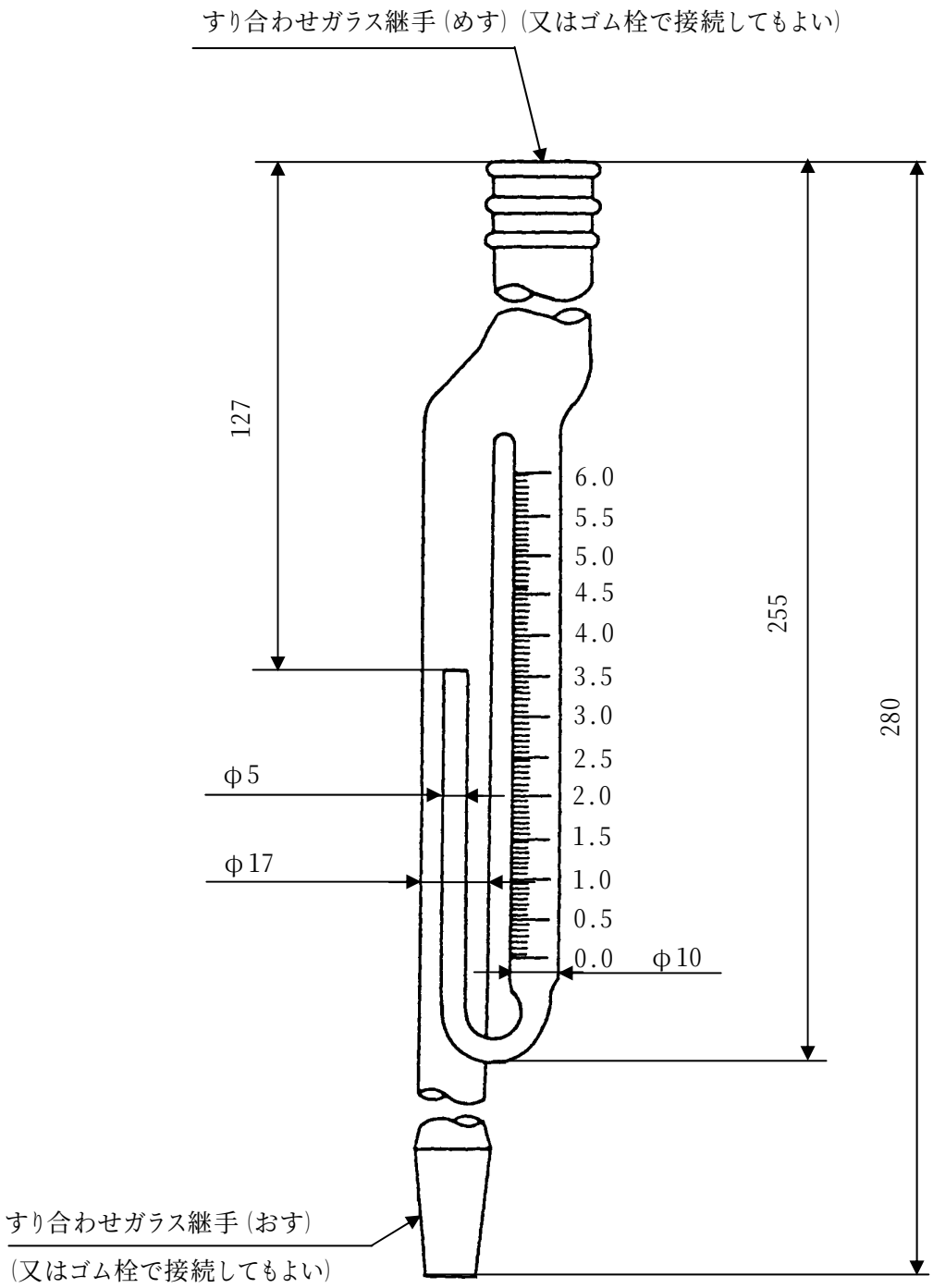
$$A = \frac{100B}{C}$$

ここに，A：発射薬中の水分（%）

B：水の容積（ml）

C：試料の質量（g）

単位　mm



付図１　水分管（参考）

試験方法３０１．２
水分試験方法
（カールフィッシャー法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の水分の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した約1gの切削試料を用いる。

試料はそのまま用いるのが望ましいが，薬粒が大きすぎて定量に長時間を要する場合は，試料を**総則**の**6.**に従って切断してもよい。

試料が大気にさらされている間の水分含有量変化をできるだけ少なくするために，試料の切断，ひょう量及びフラスコに移す操作は速やかに行わなければならない。

3. 試薬

a) 滴定溶剤 ピリジンとメタノールを体積比1：1に混合したもの。この溶剤の水分は0.10%以下とし，密閉して保存する。

b) カールフィッシャー試薬 JIS K 0068の**6.3.3 k)**による。

4. 装置・器具

a) 容量滴定装置 JIS K 0068の**6.3.2 a)**による。

b) 小形ひょう量瓶

5. 操作

5.1 試料の滴定

a) 滴定溶剤約50mlを容量滴定装置の滴定槽に入れ，かき混ぜながらカールフィッシャー試薬で終点まで滴定し，滴定槽内を無水の状態にする。

b) この滴定溶剤をかき混ぜながら，小形ひょう量瓶に，はかりとった試料を滴定槽内に投入する。

c) 滴定槽内の溶液をかき混ぜて，試料を溶解する。

d) この溶液をよくかき混ぜながら，カールフィッシャー試薬で終点まで滴定する。

5.2 ブランク試験

a) 試料滴定後の滴定槽内の溶液を，かき混ぜながらカールフィッシャー試薬で終点まで滴定し，滴定槽内の溶液を無水の状態にする。

b) この溶剤をかき混ぜながら，試料採取のため滴定槽の試料注入口の栓を開いた時間だけ開

き，再び閉じる。

c) これをかき混ぜながら，カールフィッシャー試薬で終点まで滴定する。

6. 計算 発射薬中の水分 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{B(C - D)}{E \times 10^3} \times 10$$

ここに，A：発射薬中の水分（%）

B：カールフィッシャー試薬の力価（H_2Omg/ml）

C：滴定に用いたカールフィッシャー試薬の量（ml）

D：空試験に用いたカールフィッシャー試薬の量（ml）

E：試料の質量（g）

試験方法３０１．３
水分試験方法
（ガスクロマトグラフ法）

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の水分の定量試験方法について規定する。

2. 試料 0.1mgのけたまでひょう量した3～5gの切削試料を用いる。

試料はそのまま用いるのが望ましいが，薬粒が大きすぎて定量に長時間を要する場合は，試料を**総則**の**6.**に従って切断してもよい。

試料が大気にさらされている間の水分含有量変化をできるだけ少なくするために，試料の切断，ひょう量及びフラスコに移す操作は，速やかに行わなければならない。

3. 試薬

a) ジオキサン

b) メチルエチルケトン

c) 2-ブタノール

4. 装置・器具

a) 三角フラスコ 密栓できるもの。

b) ピペット

c) マイクロシリンジ

d) 振とう機

e) ガスクロマトグラフ JIS K 0114の熱伝導度検出器を備えたもの。

f) モレキュラシーブ 5A，4A

5. 操作

5.1 抽出溶媒の調製 以下の第１法又は第２法により抽出溶媒を調**製**する。

5.1.1 ジオキサンによる抽出法（第１法） ジオキサンは，モレキュラシーブ5Aで３日間以上乾燥させる。

5.1.2 メチルエチルケトン/2-ブタノール混合溶媒による抽出法（第２法）

a) メチルエチルケトンと2-ブタノールは，あらかじめモレキュラシーブ4Aで乾燥させておく。

b) メチルエチルケトン/2-ブタノールを容量比25/75で混合する。これは，主に約13.15%窒素量のニトロセルロースを含むシングルベース発射薬に用いる。

c) メチルエチルケトン/2-ブタノールを容量比20/80で混合する。これは，主に約12.60%窒素量のニトロセルロースを含むマルチベース発射薬に用いる。

d) 混合溶媒にはモレキュラシーブ4Aを加え，２日間以上乾燥させる。

5.2 測定用試料溶液の準備

a) 試料を三角フラスコに入れ，抽出溶媒をピペットで25ml加え密栓する。

b) 試料を，１０～１６時間程度抽出する。この間振とうを加えてもよい。

抽出時間はシングルベース発射薬では短め，マルチベース発射薬では長めにとるとよい。

c) 三角フラスコを注意深く振り混ぜ（振とう機により，振とうを加えた場合はそのまま），一旦静置し，懸濁物を沈殿させる。

d) 上澄みをガスクロマトグラフの測定用試料溶液とする。

5.3 水分標準液の調整

a) 乾燥させた三角フラスコを0.1mgのけたまでひょう量する。

b) マイクロシリンジを用い，0.03～0.1mlの蒸留水を三角フラスコに入れ，確実に栓をする。

c) 蒸留水の質量を0.1mgのけたまでひょう量する。

d) 抽出溶剤をピペットで25ml加え，密栓し，水分標準液とする。

5.4 測定準備

a) ガスクロマトグラフを，機器取扱説明書に従って調整する。

b) 測定条件を次の例を参考に設定し，一定時間安定させる。

例 検出器 熱伝導度検出器

カラム JIS K 0114の7.1による（長さは，充填カラムの場合0.5～2.5mが適当である。）。

充てん剤 JIS K 0114の7.2 d)及び7.2 d) 3)による（充てん剤の粒径範囲は180～250μm又は150～180μmが適当である。）。

注入量 10～20μl

試料気化室温度 140～170℃(1)

カラム温度 125～150℃(1)

検出器温度 140～180℃(1)

キャリヤーガス JIS K 0114の6.による（流量は，ヘリウムガスの場合約60ml/minが適当である。）。

注(1) 試料気化室温度及び検出器温度は，通常カラム温度より20～30℃高く設定する。試料気化室温度，カラム温度及び検出器温度の設定において，シングルベース発射薬の場合は高めに，マルチベース発射薬の場合は低めにするとよい。なぜなら，マルチベース発射薬では温度が高いと含有するニトログリセリンが分解し水のピークを妨害する恐れがある。

5.5 測定

a) マイクロシリンジで，試料を試料導入部からガスクロマトグラフに導入する。

b) 得られた水のクロマトグラムから，**JIS K 0114**の**11.2**又は**11.3**に従って，ピーク高さ又はピーク面積を測定する

c) 同様に，試料と同一量の水分標準液をガスクロマトグラフに導入し，ピーク高さ又はピーク面積を測定する。

d) もし必要なら，水分補正のためにブランク試験として試料と同一量の抽出溶媒のみを同様にガスクロマトグラフに導入し，ピーク高さ又はピーク面積を測定する。

6. 計算 発射薬中の水分 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{(B - C) \times D}{(E - C) \times F} \times 100$$

ここに，A：発射薬中の水分（%）

B：試料のクロマトグラムのピーク高さ又はピーク面積

C：抽出溶媒のクロマトグラムのピーク高さ又はピーク面積（水分補正が必要な場合）

D：25mlの水分標準溶液の水分質量（g）

E：水分標準溶液のクロマトグラムのピーク高さ又はピーク面積

F：試料の質量（g）

K 4816B

試験方法３０２．２
水分及び揮発分試験方法
（乾燥器法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の水分及び揮発分の定量試験方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した4～5gの発射薬を試料とする(1)。

注(1)　試料は完全な薬粒又は切断薬粒でなければならない。粉砕試料は使用してはならない。

3. 装置・器具

a) 三角フラスコ　すり合わせガラス共栓付，25ml

b) 乾燥器

c) デシケータ

4. 操作

a) 試料を精ひょうした三角フラスコに取る。

b) 三角フラスコからすり合わせガラス共栓を取り，100℃±2℃の乾燥器で２時間乾燥する。

c) ２時間経過したら三角フラスコにすり合わせガラス共栓をしてデシケータ内で３０分間冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5. 計算　発射薬中の水分及び揮発分 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100(B - C)}{B}$$

ここに，A：発射薬中の水分及び揮発分（%）

B：乾燥前の試料の質量（g）

C：乾燥後の試料の質量（g）

試験方法３０３．１
全揮発分試験方法
（ディシュ－コーン法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の全揮発分の定量試験方法について規定する。

この方法は，主たる揮発性成分が水であるような板状発射薬に適用する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約10gの粉砕試料を使用する。

3. 装置・器具

a) ガラスコーン付きアルミニウムディシュ（付図１）

b) 加熱板　表面温度90℃±5℃のもの。

c) デシケータ

4. 操作

a) ガラスコーン付きアルミニウムディシュをひょう量し，ディシュに試料を取りガラスコーンでふたをする。

b) これを加熱板上に置き，90±5℃で２時間加熱する。

c) ２時間経過後ガラスコーンでふたをしたままデシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

5. 計算　発射薬中の全揮発分 A（%）は，次の式によって算出する。

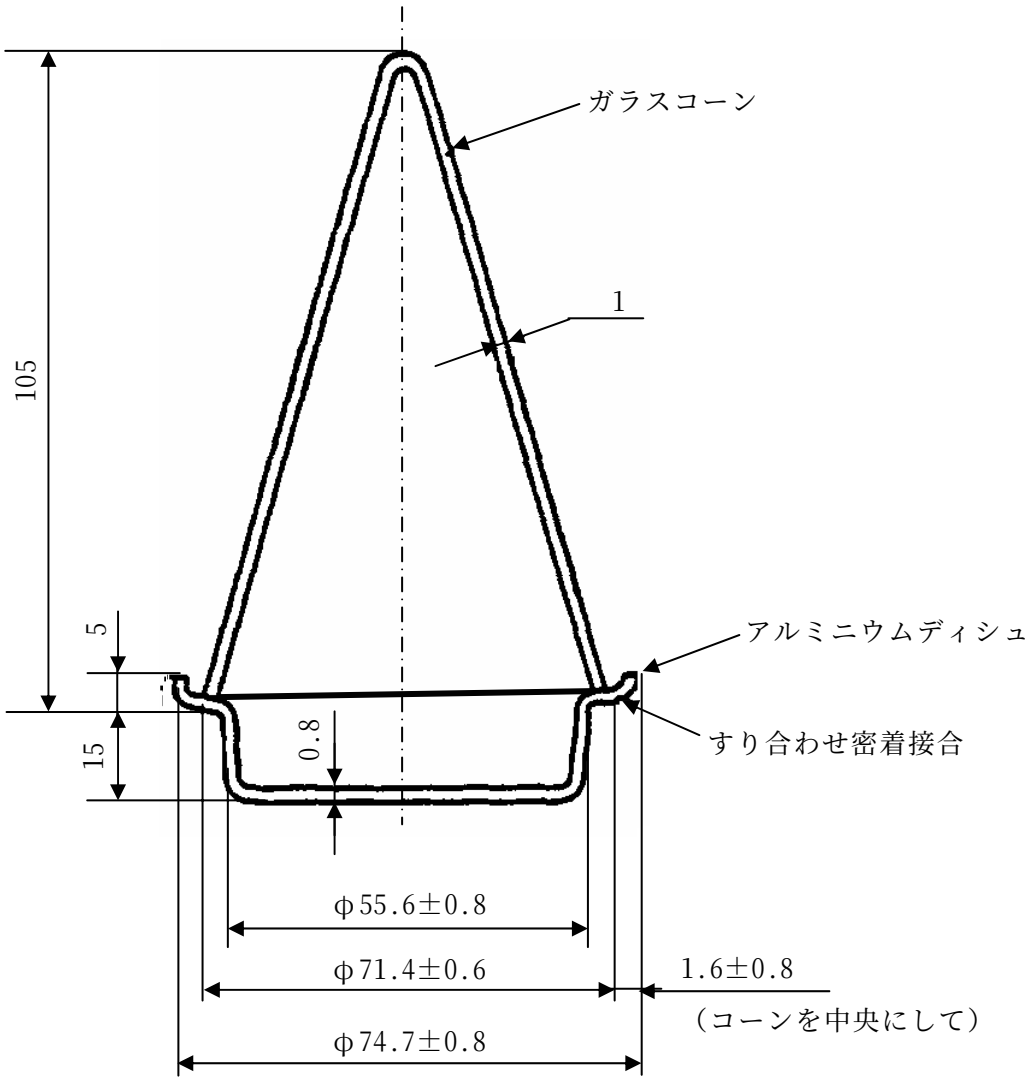
$$A = \frac{100(B - C)}{B}$$

ここに，A：発射薬中の全揮発分（%）

B：乾燥前の試料の質量（g）

C：乾燥後の試料の質量（g）

単位　mm



備考　公差のないものは標準を示す。

付図１　ガラスコーン付きアルミニウムディシュ（参考）

試験方法３０３．２
全揮発分試験方法（溶解－吸引法）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の全揮発分の定量試験方法について規定する。

2. 試料　揮発分の損失を防ぐため，空気に触れるのを最小限にして準備した約2gの発射薬を試料とする。

3. 試薬

ジブチルフタレート　ジフェニルアミン1gを，熱ジブチルフタレート100mlに溶かし，この溶液をジブチルフタレート500mlに注ぎ，激しくかくはんする。これにジブチルフタレートを加えて1Lとし，激しくかくはんする。この溶液に乾燥空気を吹き込みながら145～150℃で２時間加熱する。

4. 装置・器具

a) 溶解管（付図１）

b) 鋼球　直径8mm

c) ゴム管　内径8mm，肉厚5mmのもので，新しいゴム管は水酸化ナトリウム溶液（5%）中で１０～１５分間煮沸し，洗浄した後，100℃で乾燥してあらかじめ清浄にする。

d) 真空吸引装置（付図２）

e) 金網箱（付図３）

f) 保持針金（付図４）　溶解管用

g) 真空ポンプ　133Paまでの吸引能力を有するもの。

h) 保護乾燥管（付図５）

i) 乾燥器　吸引多岐管付振動装置を有するもの。

j) 金属漏斗　小形，出口外径9mm

5. 操作

5.1 溶解管の前処理

a) 少なくとも４個の溶解管（試料用２個と空試験用２個）にそれぞれ鋼球１０個（乾燥した清浄なもの）と，ジブチルフタレート50mlを加える。各溶解管の口を，ピンセットを用いて脱脂綿できれいにする。

b) 乾燥器内の多岐管に，5cmのゴム管を用いて各溶解管を継ぐ。この場合，空試験用溶解管を両端に継ぐ。使用しない多岐管には栓をする。真空吸引装置（**付図２**）を振動装置の多岐管及び真空ポンプに継ぐ。

c) 真空吸引装置のストップコックＡを開き，ストップコックＢ，Ｇ及びニードルバルブＥを閉じる。ストップコックＦを切り変えて多岐管と真空ポンプを継ぐ。

d) 乾燥器の温度を85℃±1℃に調節し，真空ポンプを作動させて133Pa以下の圧力で1.5時間吸引する。

e) 1.5時間経過したら真空ポンプを止め，ストップコックＢをゆっくり開く。次にニードルバルブＥを徐々に開いて溶解管に乾燥空気をゆっくり入れる。

f) 手袋をはめ，ゴム管をつけたまま溶解管を乾燥器から取り出し，金網箱上（**付図３**）に置く。直ちに空気中の水分が入らないように各溶解管の口に保護乾燥管（**付図５**）を取り付け，室温まで冷却する。

g) 保護乾燥管とゴム管を取り外し，溶解管の口にコルク栓を挿入する(1)。

注(1) 以後の操作においても吸引及びひょう量操作以外のときは，空気中の水分が入らないようにしっかりとコルク栓をすることを忘れてはならない。

h) 繊維くずのない清潔な布又はぬれたタオルで，溶解管をふいて（こすってはならない）静電荷を除き，金網箱上に置く。ほこりがかからないよう布をかぶせ，空気中の水分含量と平衡になるまで少なくとも３０分間放置する(2)。

注(2) 溶解管を調整した後は，ひょう量するまで指で触れてはならない。溶解管を取り扱う場合は，口を薄い紙で覆ってその上から口をつかむようにする。

5.2 試料の調製ひょう量

a) 板状及び大粒発射薬は，粉砕試料にし，小粒発射薬は，そのままのものを試料として用い，少なくとも２個の試料を取る。

b) 準備した２個の溶解管からコルク栓を取り，金属漏斗を用い，精ひょうした試料を入れる。溶解管を保持針金（**付図４**）に掛け，各溶解管（空試験用も含めて）を1mgまでひょう量する(3)。

注(3) ジブチルフタレート溶液中において，試料は軟化又はこう（膠）化する傾向がある。したがって試料が管壁に粘着して鋼球が動くのを妨げないように，試料添加後溶解管はできるだけ速やかに振動装置に取り付けなければならない。

5.3 吸引（133Pa）

a) 試料が管壁に粘着していたら，溶解管を振って落とす。乾燥器内の振動装置の多岐管に溶解管を継ぎ，使用しない多岐管全部に栓をする。

溶解管をすべて85℃±1℃の乾燥器に入れたら直ちに振動モータを作動させる。

b) ストップコックＦが窒素を真空吸引装置に入れないように切り替わっているかを確かめ，次に窒素ボンベのバルブを開き水銀トラップを通してゆっくり窒素を流し出す。

c) ストップコックＢ，Ｇ及びニードルバルブＥを閉じ，ストップコックＡを開く。次に真空ポンプを作動させ133Pa以下の圧力で溶解管を吸引する。圧力が133Paに安定したらストッ

プコックＦを徐々に切り変えて窒素を溶解管に流入する。

d) 溶解管を再び吸引した後，ストップコックＦを切り変えて再び溶解管に窒素を流入する。

e) ストップコックＦを切り変えて窒素源と乾燥器内の多岐管とを連結し，ストップコックＧを開いて真空ラインに空気を入れた後，真空ポンプを止める。次にストップコックＧを閉じる。

5.4 乾燥 溶解管をそのまま85℃±1℃の乾燥器内に約１５時間放置する。

5.5 吸引（667Pa）

a) １５時間経過したらストップコックＧが閉じていることを確認し，ストップコックＦを切り変えて乾燥器内の多岐管と真空ポンプとを継ぐ。

ストップコックＢ及びニードルバルブＥを開き，真空ポンプを作動させる。

b) 乾燥器のガラス扉を通して溶解管を観察しながらニードルバルブＥを徐々に閉じ，真空吸引装置内の圧力を下げる(4)。

注(4) ニードルバルブＥを閉じるのが早すぎると溶解管内の溶液が激しく沸騰し，溶液が機械的に失われ，定量誤差の原因となるので，注意しなければならない。圧力を667Paまで下げるのに約１０分間を要する速度でニードルバルブＥを閉じるとよい。

c) 圧力が667Pa以下になったらストップコックＡ及びＢを閉じ，85℃±1℃,667Pa以下の圧力で２時間吸引を続ける。

d) ２時間経過したら振動モータを止め，ストップコックＡ及びＢを開きニードルバルブＥを極めてゆっくり開いて溶解管に空気を流入した後，真空ポンプを止める。

5.6 ひょう量

a) 乾燥器から溶解管を取り出し，**5.1 f)**～**h)**の操作に従って溶解管を冷却し，調整する。

b) **5.2 b)**の操作に従って溶解管をひょう量する。試料用溶解管及び空試験用溶解管の質量は，湿度変化の結果により増加する場合もある。

6. 計算 発射薬中の全揮発分 A（%）は，次の式によって算出する。

計算の結果は，1.0%以内で一致しなければならない。また，空試験用溶解管の減少質量は，2mg以内で一致しなければならない。もし一致しない場合は，分析を繰り返す。

$$A = \frac{100(B - C)}{D}$$

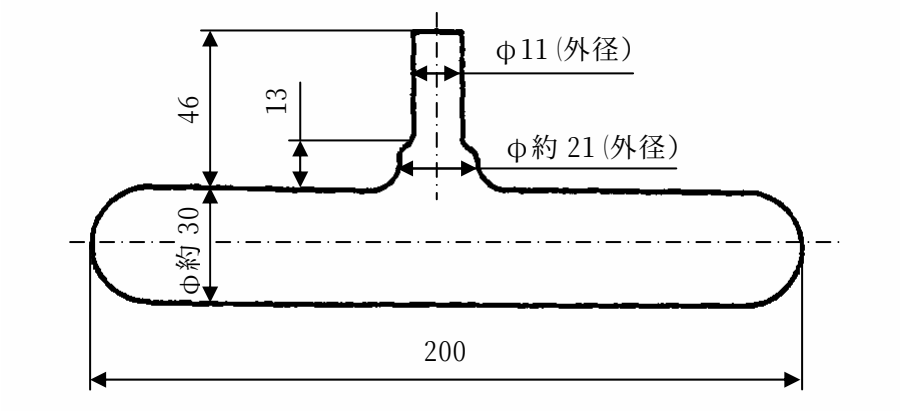
ここに，A：発射薬中の全揮発分（%）

B：試料溶解管の減少質量（g）

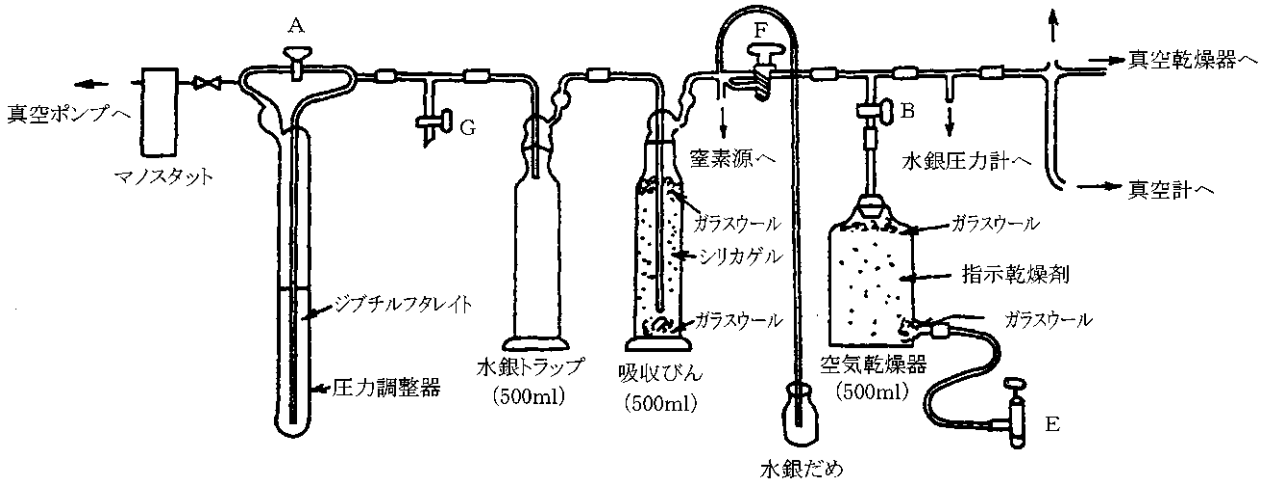
C：空試験用溶解管の減少質量（平均）（g）

D：試料の質量（g）

単位　mm

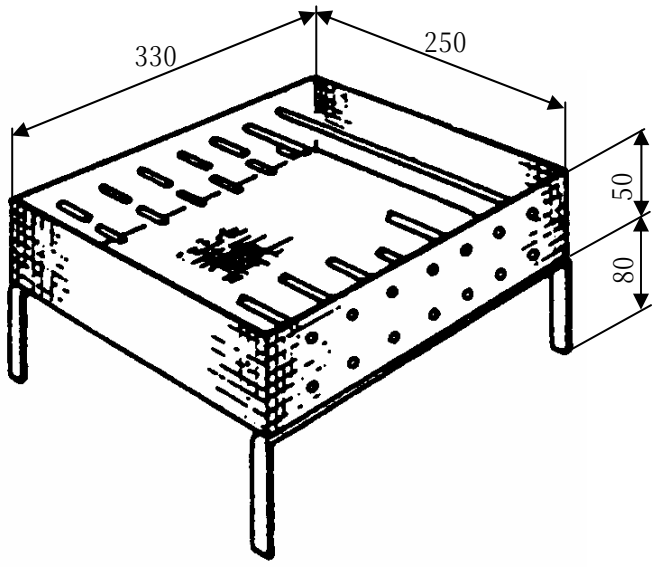


付図１　溶解管（参考）

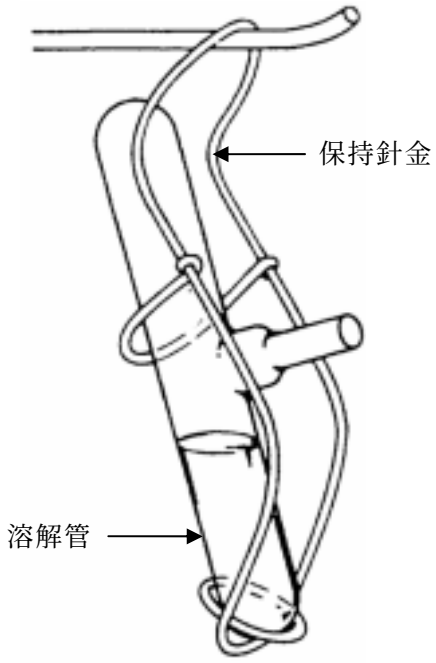


付図２　真空吸引装置（参考）

単位　mm

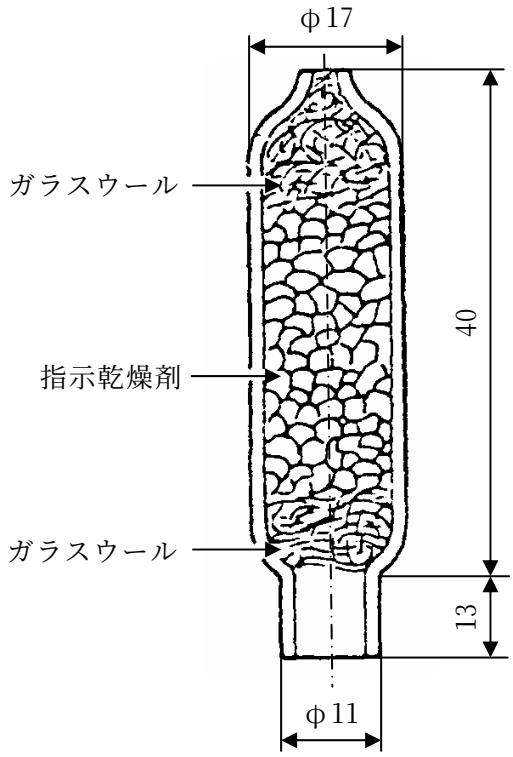


付図３　金網箱（参考）



付図４　溶解管保持針金（参考）

単位　mm



付図５　保護乾燥管（参考）

試験方法３０４．１
残留溶剤試験方法

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬中の残留溶剤の定量試験方法について規定する。

2. 操作

a) 試験方法303.2に従って発射薬中の全揮発分（%）を求める。

b) 試験方法301.1，**試験方法301.2**又は**試験方法301.3**により発射薬中の水分（%）を求める。

3. 計算　発射薬中の残留溶剤 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = B - C$$

ここに，A：発射薬中の残留溶剤（%）

B：全揮発分（%）

C：水分（%）

試験方法３０５．１
灰分試験方法
（不燃性無機添加物を含まない場合）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する不燃性無機添加物を含まない発射薬の灰分の定量試験方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

硝酸

4. 装置・器具

a) 磁製るつぼ（150ml）又は蒸発皿（径90mm）

b) 加熱器　換気のよいドラフト内に入れたもの。

c) 電気炉

d) デシケータ

5. 操作

5.1 試料の分解

a) あらかじめ赤熱し，冷却して質量をはかった磁製るつぼ又は蒸発皿に試料を入れる。

b) 硝酸10mlを加え，加熱器上で加熱して試料を完全に分解し，蒸発乾固する。

5.2 灰化とひょう量

a) 乾固したのちもさらに温度を上げ，内容物を燃焼する。炎が出なくなったら，磁製るつぼ又は蒸発皿を電気炉に移し，500～600℃で３０分間赤熱する。

b) デシケータ内で磁製るつぼ又は蒸発皿を室温まで冷却し，質量をはかる。

c) さらに，加熱，冷却及びひょう量の操作を行い，各ひょう量結果間の質量差が0.2mg以下になるまでこの操作を繰り返す。

6. 計算　発射薬中の灰分 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{B}{C(1 - D/100)} \times 100$$

ここに，A：発射薬中の灰分（%）

B：灰分の質量（g）

C：試料の質量（g）

D：全揮発分（%）

試験方法３０５．２
灰分試験方法
（不燃性無機添加物を含む場合）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する不燃性無機添加物を含む発射薬の灰分の定量試験方法について規定する。ただし，氷晶石が含まれる場合は，**試験方法211.2**により氷晶石を定量し，その結果を修正する。この方法において試料を灰化ろ過した後のろ液をバリウム塩（**試験方法201.1**）又はカリウム塩（**試験方法202.3，202.4**）の定量に使用してもよい。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約5gの粉砕試料を用いる。

3. 試薬

a) 硝酸

b) 硫酸

4. 装置・器具

a) 磁製るつぼ

b) 加熱器　換気のよいドラフトに入れたもの。

c) 乾燥器

d) 電気炉

e) デシケータ

f) ろ紙　５種Ｃ

5. 操作

5.1 試料の分解，灰化

a) 試料100mlを磁製るつぼに取り，硝酸15mlを加える。

b) るつぼを加熱器上で加熱し，分解が始まったら加熱器上から下ろし，分解が収まるまで静置する。分解が収まったら，再び磁製るつぼを加熱器上で加熱して試料を完全に分解する。

c) 加熱器の温度を更に上げて静かに試料を炭化する。

d) 磁製るつぼを電気炉に入れ，700～800℃で炭化物が完全に燃え尽きるまで強熱したのち，取り出して室温まで冷却する。

e) 磁製るつぼの縁を最初水5mlで洗い，次に硫酸5mlで洗ったのち加熱器上で５～１０分間加熱する。

f) 加熱後，水約25mlを加え，ろ紙でろ過し，ろ過残留物を水で洗う。バリウム塩又はカリウ

ム塩を定量する場合は，このろ紙を取っておく。

5.2 強熱，ひょう量

a) 磁製るつぼとろ過残留物を水約50mlで完全に洗い，水溶性無機成分を除去する。

b) ろ紙とろ過残留物を質量既知の磁製るつぼに移し，100℃の乾燥器で３０分間乾燥する。

c) 磁製るつぼを加熱器上に移し，ろ紙を炭化したのち電気炉に入れ，700～800℃で３０分間強熱する。

d) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

e) さらに，加熱，冷却及びひょう量の操作を行い，各ひょう量間の質量差が0.2mg以下になるまで，この操作を繰り返す。

6. 計算 発射薬中の灰分 A（%）は，次の式によって算出する。

氷晶石を含まぬ場合

$$A = \frac{100(B - C)}{D(1 - E/100)}$$

氷晶石を含む場合

$$A = \frac{100(B - C)}{D(1 - E/100)} - F$$

ここに A：発射薬中の灰分（%）

B：るつぼと灰分の質量［**5.2 d)**におけるひょう量値］（g）

C：るつぼの質量（g）

D：試料の質量（g）

E：全揮発分（%）

F：氷晶石の百分率（**試験方法211.2**により定量）（%）

試験方法３０６．１
薬粉及び異物試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬の内で表面が水で破壊されない種類の発射薬の薬粉及び異物含量の測定方法について規定する。

2. 試料 1gのけたまでひょう量した約50gの発射薬をそのままの状態で試料とする。この試料を二つ用意し，測定を行う。

3. 装置・器具

a) 試験装置（付図１） 二つの試料を入れる２個の500㎖三角フラスコ（A_1及びA_2），空気をろ過するためガラスウールで満たした500㎖瓶（B），圧力調整器として使用する三角フラスコ（C），圧力指示管として使用するガラス管（D）及び空気入口管（E_1及びE_2）から構成される。

b) ガラスろ過器

c) 乾燥器

d) デシケータ

e) ビーカ 1000㎖

4. 操作

4.1 試験装置の組立及び調整

a) 二つの試料を，それぞれ水200㎖を入れた２個の三角フラスコに注意して入れる。試料が小粒薬の場合は，湿潤剤２滴を加える。

b) 試験装置を**付図１**のように設置し，空気入口に低圧空気源を取り付け，圧力指示管の液高が約65㎝になるように空気圧を調節する。

4.2 薬粉及び異物の分離

a) 各三角フラスコ内の試料に１０分間空気を送入し，ときどき三角フラスコを振とうする。

b) １０分間経過したら空気送入を止め，各三角フラスコの栓を取り，各空気入口管を水で洗って洗液を各三角フラスコに加える。

c) 各三角フラスコを振とうし，傾斜法により液を別々のビーカに移す。さらに，三角フラスコに水500㎖ずつ加え，液面に薬粉粒子が見えなくなるまで振とうと傾斜を繰り返す。これには普通全量で650～800㎖の水を要する。

d) ビーカに移した液中の薬粉及び異物をそれぞれ質量既知のガラスろ過器でろ過する。

4.3 乾燥とひょう量

a) 各ガラスろ過器を100℃の乾燥器で１時間乾燥する。

b) デシケータ内で室温まで冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

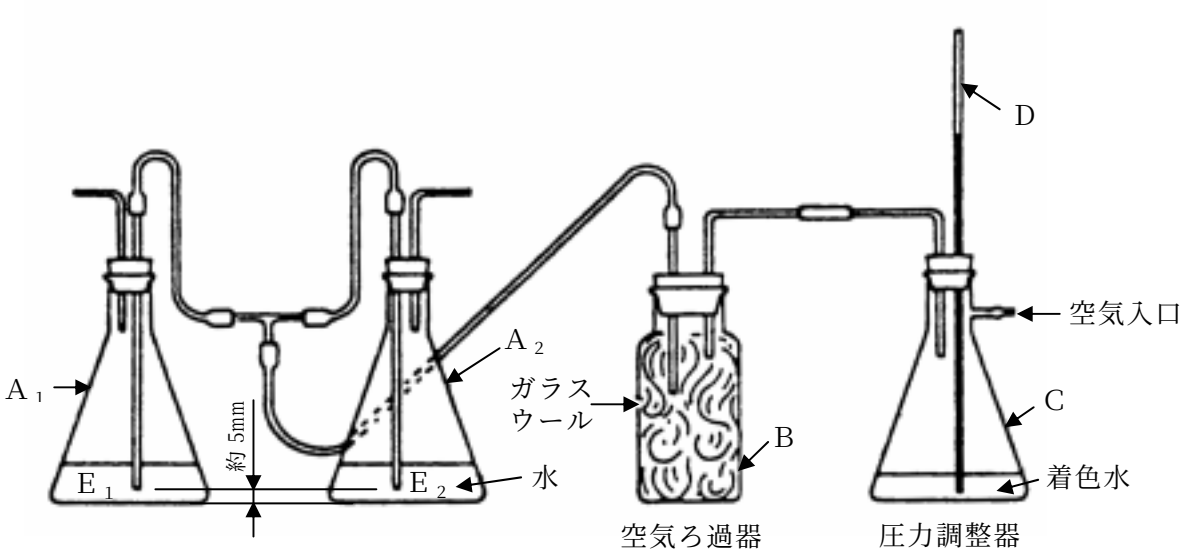
5. 計算 発射薬の薬粉及び異物 A（%）を次の式によって算出し，二つの試料の平均値を結果とする。

$$A = \frac{100B}{C}$$

ここに，A：発射薬の薬粉及び異物（%）

B：薬粉及び異物の質量（g）

C：試料の質量（g）



付図１　試験装置（参考）

K 4816B

試験方法３０７．１
仮比重試験方法

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬の仮比重の測定方法について規定する。

2. 試料　約1.5kgの発射薬を試料とする。

3. 装置・器具

仮比重計（付図１）　試料ホッパー（Ａ），受器（Ｂ）及びダンパー（Ｃ）から構成される。

4. 操作

a) 受器の質量をひょう量する。

b) 試料ホッパーに試料を満たす。

c) ダンパーを横に引き，落し口を開いて試料を受器に山盛りになるように入れる。

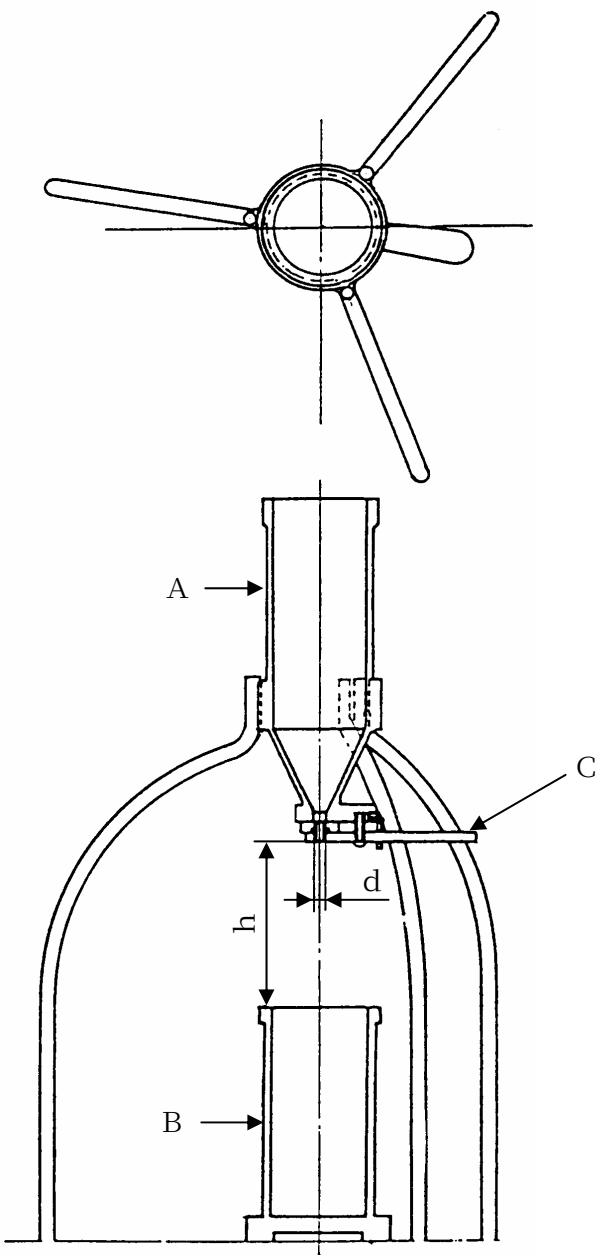
d) 受器の山盛りの部分の火薬を水平にかき取る。

e) 試料の入った受器の質量をひょう量する。

f) **e)**の質量と**a)**の質量の差を求め，その値を受器の容積で除算する。

5. 計算　**4.b)～f)**の手順を３回繰り返し，３回の平均値をもって仮比重の値とする。

単位　mm



断面ＡＡ

備考1. 試料ホッパー（A）の容積は，約400～1200mlの範囲とする。

2. 試料ホッパー（A）の出口径（d）は，約10～30mmの範囲とする。

3. 試料を落す高さ（h）は，約30～110mmの範囲とする。

4. 受器（B）の容積は，約300～1000mlの範囲とする。

付図１　仮比重計

K 4816B

試験方法３０８．１
吸湿度試験方法
（小火器弾薬用発射薬）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する小火器弾薬用発射薬の吸湿度の測定方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した10～15gの発射薬を試料とする。この試料を二つ用意し，測定を行う。

3. 装置・器具

a) ひょう量瓶　すり合わせガラス共栓付，２個

b) デシケータ　30℃で90％±0.25％の相対湿度を得るため，硫酸溶液（18.6％±0.5％）を入れたもの。

c) デシケータ　30℃で20％±0.25％の相対湿度を得るため，硫酸溶液（59.2％±0.5％）を入れたもの。

d) 恒温槽

e) デシケータ

4. 操作

a) 二つの試料を別々のひょう量瓶に取る。それぞれすり合わせガラス共栓を取って，一つのひょう量瓶は硫酸溶液（59.2％±0.5％）を入れたデシケータに入れ，もう一つのひょう量瓶は硫酸溶液（18.6％±0.5％）を入れたデシケータに入れる。更にこれらのデシケータを30℃±2℃の恒温槽に入れる。

b) ２日後に恒温槽から二つのひょう量瓶を取り出し，それぞれすり合わせガラス共栓をしてデシケータ内で冷却し，0.1mgのけたまでひょう量する。

c) 前後のひょう量間の質量変化が0.1mg以下になるまで毎日ひょう量を繰り返す。前後の質量変化が0.1mg以下になったら試料の増加質量又は減少質量を記録する。

5. 計算　発射薬中の吸湿度 A（％）は，次の式によって算出する。

$$A = 100\left(\frac{B}{C} + \frac{D}{E}\right)$$

ここに，*A*：発射薬中の吸湿度（%）

B：吸収水の量（相対湿度90%±0.25%の条件下で試料が吸収した水分）（g）

C：相対湿度90%±0.25%のデシケータに入れた試料の質量（g）

D：放出水分の量（相対湿度20%±0.25%の条件下で試料が放出した水分）（g）

E：相対湿度20%±0.25%のデシケータに入れた試料の質量（g）

K 4816B

試験方法３０８．２
吸湿度試験方法
（火砲弾薬用発射薬）

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する火砲弾薬用発射薬の吸湿度の測定方法について規定する。

2. 試料　0.1mgのけたまでひょう量した約100gの発射薬を試料とする。この試料を二つ用意し，測定を行う。

3. 装置・器具

a) ひょう量瓶　すり合わせガラス共栓付，２個

b) デシケータ　30℃で90%±0.25%の相対湿度を得るため，硫酸溶液（18.6%±0.5%）を入れたもの。

c) 恒温槽

d) デシケータ

4. 操作

4.1 吸収水分（試料が新たに吸収する水分）の測定

a) 二つの試料を別々のひょう量瓶に取り，すり合わガラス共栓を取って硫酸溶液（18.6%±0.5%）を入れたデシケータに入れる。更にこのデシケータを30℃±2℃の恒温そうに入れる。

b) ４日後に恒温槽からはかりびんを取り出し，それぞれすり合わガラス共栓をしてデシケータ内で冷却し，0.1mgのけたまではかる。

c) 前後のひょう量間の質量変化が0.1mg以下になるまで毎日ひょう量を繰り返す。前後の質量変化が0.1mg以下になったら試料の質量を記録する。

4.2 既存水分（試料がもとから含有している水分）の測定　**試験方法301**，**試験方法301.2**又は**試験方法301.3**により試料の水分を測定する。

5. 計算　発射薬の吸湿度 A（%）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100B}{C} + D$$

ここに，A：発射薬の吸湿度（%）

B：吸収水分の量（相対湿度90％±0.25％の条件下で試料が吸収した水分）（g）

C：試料の質量（g）

D：既存水分の百分率（**試験方法301**，**試験方法301.2**又は**試験方法301.3**により定量した水分）（％）

K 4816B

試験方法３１０．１
圧縮率試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，弾薬に使用する発射薬の薬粒に対する圧縮率の測定方法について規定する。

2. 試料 試料は，無作為に採取した発射薬の薬粒１０個とし，それらの形状は正常であり，外観は目視できる欠陥を有していてはならない。

3. 装置・器具

a) 薬粒保持装置

b) 手動プレス

c) 自動圧縮試験器

d) マイクロメータ又はダイヤルゲージ

e) 切断用具

f) 研磨紙又は同等の研磨具

4. 操作

4.1 試料の切断 試料の切断は，次のとおりとする。

a) マイクロメータ又はダイヤルゲージを用いて試料の直径を測定する。

b) 試料の端を薬粒保持装置で固定し(1)，切断用具で試料を直径とほぼ同じ長さになるようにまっすぐに切断する。

注(1) 保持具で，試料の中央部に傷をつけないこと。

c) 両端を切断した後，研磨紙又は同等の研磨具により試料の切断面が，側面に対して，90 °±2 °となるように磨く。

4.2 試料の圧縮・長さの測定 試料の圧縮及び長さの測定は，次のとおりとする。

a) 試料を15～40℃（20～25℃が最適）の室温に達するまで一定時間放置する。

b) マイクロメータ又はダイヤルゲージを用い，各試料についてその長さを0.02㎜の測定精度で，２～３回測定し，その平均値を求める。

c) 次のいずれかの方法で試料を圧縮し，圧縮後の試料の長さを測定する。

1) A法 試料を手動プレスのあごの中央に置き，試料を軸方向に徐々に，かつ，平衡に圧縮する。試料に最初の割れ目(2)が現れたとき圧縮を止め，直ちに試料の長さを0.02㎜の測定精度で２～３回測定し，その平均値を求める。

注(2) 試料の割れ目は，割れ目に対して光を垂直にあてると見やすくなる。

2) B法 試料を自動圧縮試験機の圧縮台中央に置き，圧縮速度が20mm/minになるように自動圧縮試験機を操作して，降伏点を過ぎるまで圧縮する。同時に自動圧縮試験機に連動するグラフ用紙上に荷重－縮み量を記録する。

試料の最初の圧縮点は，圧縮カーブの立ち上がりとし，降伏点をもって割れたとみなし，この間の長さをグラフから測定し縮み量とする（**図１参照**）。

なお，圧縮速度は，試験前に点検しておく。

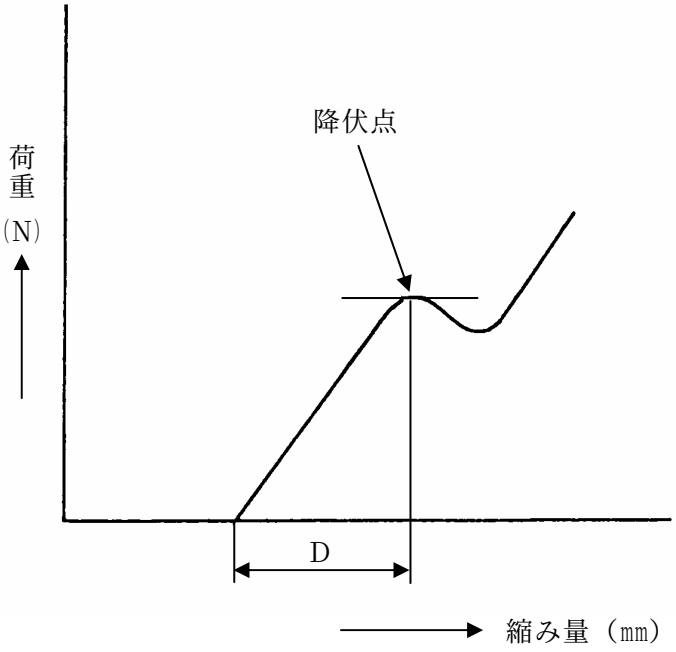


図１ 縮み量の測定

5. 計算

5.1 A法 発射薬の薬粒の圧縮率 A（%）を次の式によって算出し，１０個の試料の平均値を結果とする。

$$A = \frac{100(B - C)}{B}$$

ここに，A：発射薬の薬粒の圧縮率（%）

B：圧縮前の試料の平均長さ（mm）

C：圧縮後の試料の平均長さ（mm）

5.2 B法 発射薬の薬粒の圧縮率 A（%）を次の式によって算出し，１０個の試料の平均値を

結果とする。

$$A = \frac{100D}{B}$$

ここに，A：発射薬の薬粒の圧縮率（%）

B：圧縮前の試料の平均長さ（mm）

D：縮み量（mm）

試験方法３１１．１
粒度試験方法

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬の粒度の測定方法について規定する。

2. 試料　無作為に採取した50～100gの発射薬を試料とする。

3. 装置・器具

a) 標準網ふるいセット　受皿を有するもの。

b) 機械振とう器　毎分３００回±１５回の旋回と，打子による１５０回±１０回の軽い打撃を与える能力を有するもの。

4. 操作

a) 発射薬規格又は仕様書に規定されている目開きのふるいを上に置き，その底に受皿を取り付ける。

b) 試料100gを一番上のふるいに入れ，組み立てたふるいセットを機械振とう機に取り付け，ふるいセットを５分間振とうする。

c) ５分間経過した後，各ふるい及び受皿に残った粒子をひょう量し，発射薬の粒度の百分率（%）を算出する。

K 4816B

試験方法３１２．１
装てん比重試験方法

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬の装てん比重の測定方法について規定する。

2. 装置・器具

a) 漏斗

b) 薬きょう　発射薬規格又は仕様書に規定されたもの。

3. 操作

a) 薬きょうを垂直に立て，発射薬規格又は仕様書に規定されている速度で発射薬を装てんする。

備考　発射薬規格又は仕様書に装てん速度の規定がない場合は，漏斗の先端を薬きょう口から5cmに固定して発射薬ができるだけ薬きょうの側壁を打たないように漏斗を通してゆっくり発射薬を注ぐ。

b) 薬きょう内の発射薬容積を記録し，発射薬を薬きょうから出してひょう量する。

c) 装てんした発射薬と同容積の20℃±1℃の水を薬きょうに満たし，容積を求める。

4. 計算　発射薬の装てん比重 Aは，次の式によって算出する。

$$A = \frac{B}{C}$$

ここに，A：発射薬の装てん比重

B：装てんした発射薬の質量（g）

C：薬きょうに入れた20℃±1℃の水の容積（ml）

試験方法３１３．１
薬きょう余高試験方法

1. 適用範囲　この試験方法は，防衛庁において使用する発射薬の薬きょう余高の測定方法について規定する。この方法は，ひょう量した発射薬を薬きょうに装てんした後の，薬きょう内の薬きょう余高を測定するものである。

2. 装置・器具

a) 薬きょう余高ゲージ（付図１）　弾薬の口径に対して適合する大きさのもの。

b) 漏斗

3. 操作

a) 薬きょうを垂直に立て，薬きょう開口端より約5cm上に漏斗を固定する。

b) 薬きょうや，漏斗の側面を打つ発射薬ができるだけ少なくなるように注意して漏斗から薬きょうへひょう量した発射薬（装薬として当該仕様書に規定された質量）を極めてゆっくり流し込む。

c) 薬きょうを垂直に立てたまま，薬きょう余高ゲージを発射薬に軽く触れるまで挿入し，ゲージの目盛りを読み挿入の深さを記録する。

d) 弾の装着深さを調べる。

4. 計算　発射薬の薬きょう余高 A（mm）は，次の式によって算出する。

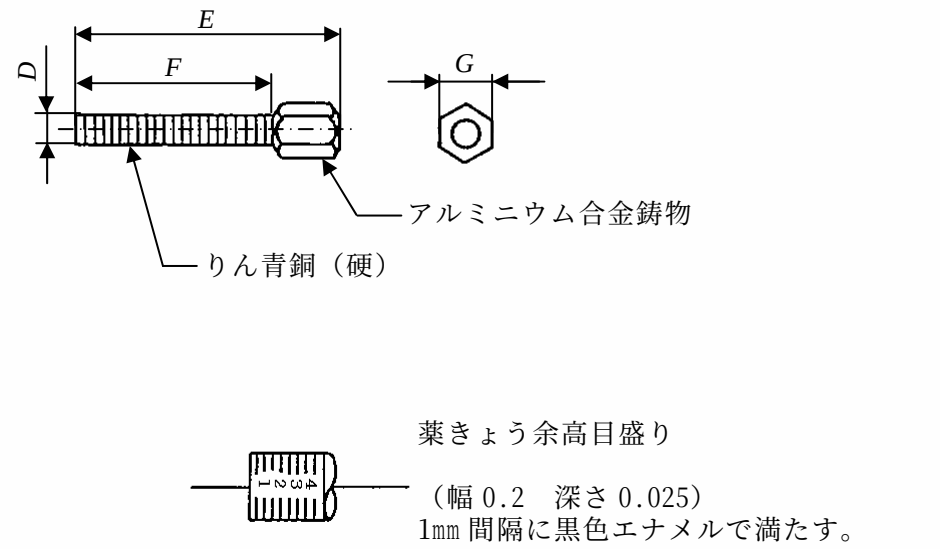
$$A = B - C$$

ここに，A：発射薬の薬きょう余高（mm）

B：薬きょう余高ゲージの挿入深さ（mm）

C：弾の装着深さ（mm）

単位　mm



単位　mm

口径	*D*	*E*	*F*	*G*
.22	5.2	65	25	15
.30（カービン）	7.5	75	38	20
.30	7.5	95	57	20
.45	10.7	65	25	25
.50	11.5	140	100	25
.60	14.3	140	100	25

付図１　薬きょう余高ゲージ

試験方法３１４．１
100g当たり薬粒数試験方法

1. 適用範囲 この試験方法は，防衛庁において使用する粒状発射薬の100g当たりの薬粒数の測定方法について規定する。

2. 操作

a) 発射薬の１個の薬粒をミリグラムまでひょう量する。

b) １個の薬粒の質量に基づき，**表１**に示す薬粒数を数えて取り出す。

表１ 薬粒数

単一薬粒質量（g）	取り出す薬粒数（個）
0.001以上　1.0未満	200
1.0以上　5.0未満	100
5.0以上　10.0未満	50
10.0以上　20.0未満	25
20.0以上　40.0未満	10

c) 取り出した薬粒をミリグラムまでひょう量する。

3. 計算 粒状発射薬の100g当たりの薬粒数 A（個）は，次の式によって算出する。

$$A = \frac{100B}{C}$$

ここに，A：粒状発射薬の100g当たりの薬粒数（個）

B：ひょう量した薬粒数（個）

C：ひょう量した薬粒の質量（g）

K 4816B

発射薬理化学試験方法　解説

この解説は，本体に規定･記載した事項及びこれらに関連した事項を説明するもので，規格の一部ではない。

1.　改正の趣旨　**NDS K 4816（発射薬理化学試験方法通則）**及び発射薬理化学試験方法個別規格**NDS K 4816-101～314**（以下，**旧規格**という。）の大部分は**MIL-STD-286**との関連において，昭和４６年（１９７１年）７月１日制定された。制定以来，発射薬の理化学試験などに利用され，**旧規格**を引用して多くの防衛庁規格，防衛庁仕様書などが作成されてきた。

しかしながら，近年の計測技術，試験装置･器具などの進歩及び一部の使用器具などが法規制により入手困難となっていることにより，一部試験方法の見直しが必要になったため，改正するものである。

2.　改正の経緯　防衛庁技術研究本部（以下，技本という。）は，民生技術活用の視点から，防衛庁規格の見直しを平成１０年度（社）日本防衛装備工業会（以下，工業会という。）に委託し，統廃合による制定，改定及び廃止の報告を受けた。この見直し作業に関連し，技本は平成１４年度，工業会へ本規格（近年改正等が行われた一部の個別規格を除く）の改正原案作成を委託した。工業会は旭化成（株）（当時），ダイセル化学工業（株），日本油脂（株），日本工機（株），中国化薬（株），ダイキン工業（株），（株）小松製作所，（株）アイ･エイチ･アイ･エアロスペース及び防衛庁技術研究本部第１研究所第１部弾薬研究室による委員会［委員長：旭化成（株）（当時）］を組織して規格原案を作成した。

3.　今回の改正点

3.1　適用範囲　本規格の適用範囲は，“防衛庁において使用する発射薬（固体推進薬を含む）の理化学試験の一般的事項について規定する。”となっている。

3.2　規格の統合　**MIL-STD-286C**がすでに個別規格をすべて**MIL-STD-286C**に統合していることを考慮し，**旧規格**も**MIL-STD-286C**のように統合が可能か視野に入れながら検討を行った。**旧規格**は，通則と個別規格がそれぞれ制定されていたが，それらをすべて統合した。統合の際，個別規格の番号（枝番）を試験方法番号として使用した。

3.3　規格の廃止　工業会へ改正原案作成作業を委託した**旧規格**の個別規格のうち，これまでに使用実績がない規格が１４件あることが調査の結果判明した。それらの規格は，“他の試験方法で代用できる”，“現在試験対象の製品がない”などの理由により，使用実績がなかった。１４

件の個別規格のうち**NDS K 4816-208**（過塩素酸塩試験方法）については，代用できる個別規格がないため廃止はできないが，それ以外の１３件の個別規格については，代替試験方法があるため廃止とした。

廃止とした**旧規格**の個別規格は，以下のとおりである。

NDS K 4816-102.1　ニトロセルロース試験方法（酢酸抽出法）

NDS K 4816-103.1　ニトロセルロースの窒素量試験方法（デュポンナイトロメータ法）

NDS K 4816-103.2　ニトロセルロースの窒素量試験方法（ルンゲナイトロメータ法）

NDS K 4816-103.3　ニトロセルロースの窒素量試験方法（硫酸第一鉄滴定法）

NDS K 4816-103.4　ニトロセルロースの窒素量試験方法（三塩化チタン滴定法）

NDS K 4816-105.2　ニトログアニジンの試験方法（三塩化チタン法）

NDS K 4816-105.3　ニトログアニジンの試験方法（吸光光度法）

NDS K 4816-112　オーリン試験方法

NDS K 4816-209　カーボンブラック試験方法

NDS K 4816-210.2　カーボンブラック又は黒鉛試験方法（質量法）

NDS K 4816-211.1　氷硝石試験方法（硝酸ウラニル法）

NDS K 4816-302.1　水分及び揮発分試験方法（真空乾燥器法）

NDS K 4816-310　圧縮率試験方法

3.4　規格名称の変更　規格の統合に伴い，“**発射薬理化学試験方法通則**”から“**発射薬理化学試験方法**”に名称を変更した。

旧規格のうち，**NDS K 4816-308.1**［吸湿度試験方法（小火器発射薬）］及び**NDS K 4816-308.2**［吸湿度試験方法（火砲発射薬）］は，**NDS K 4501D**（火砲弾薬用発射薬）及び**NDS K 4502**（小火器弾薬用発射薬）の名称に統一する為，それぞれ“**吸湿度試験方法**（小火器弾薬用発射薬）”及び“**吸湿度試験方法**（火砲弾薬用発射薬）”に変更した。

また，**旧規格**のうち，**NDS K 4816-313**（空間容積試験方法）は，測定するものが空間容積ではなく，薬きょう余高を計測する方法である為，試験方法の名称を“**薬きょう余高試験方法**”に変更した。

3.5　引用規格　**旧規格**では，引用規格を示していなかったため，防衛庁規格の原案作成要領及び**JIS Z 8301**（規格票の様式及び作成方法）にもとづき引用規格の項目を追加した。

3.6　主な改正点　その他の**旧規格**の主な改正点は以下のとおり。

a)　注記事項の追加　取扱時の注意事項などを本文中ではなく，別記載とした。

b)　試料ひょう量精度の修正　計量機器の精度向上に伴い，“0.2mgまで正確に”などの規定及び表現を“0.1mgのけたまで”とした。

c)　試料調整方法の追記　ニトログリセリンを含む発射薬の粉砕処理方法について，粉砕機にかけないように指示を追記した。

d)　器具の変更　“グーチるつぼ”は現在市販されていない為“ガラスろ過器又は磁製ろ過器”に変更した。

e) 試薬の変更 生産禁止になっている四塩化炭素のほかにトリクロロエチレンを追加した。

f) 単位の変更 規定度をSI単位（mol/l）に変更した。

4. 原案調査委員会の構成 この規格は技本第１研究所第１部弾薬研究室が主管となり，下記に示す工業会会員の協力により改正規格原案（案）を作成したものである。

NDS K 4816B（発射薬理化学試験方法）改正規格原案調査委員会　構成表

（委員長）　旭化成株式会社
（副委員長）日本油脂株式会社
（委員）　旭化成株式会社
日本油脂株式会社
ダイセル化学工業株式会社
中国化薬株式会社
日本工機株式会社
株式会社アイ・エイチ・アイ・エアロスペース
株式会社小松製作所
ダイキン工業株式会社
（事務局）　社団法人日本防衛装備工業会